

**SINTESIS NANOPARTIKEL MANGAN DIOKSIDA ( $\text{MnO}_2$ ) SECARA  
SONOKIMIA SEBAGAI ADSORBEN ION  
LOGAM KADMIUM ( $\text{Cd}^{2+}$ )**



Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Meraih Gelar Sarjana Sains  
Jurusan Kimia Pada Fakultas Sains dan Teknologi  
UIN Alauddin Makassar

Oleh:  
**ANDI NURAENI**  
NIM: 60500113005

FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
**UNIVERSITAS ISLAM NEGERI ALAUDDIN  
MAKASSAR**

2017

## PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Mahasiswa yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Andi Nuraeni  
NIM : 60500113005  
Tempat/Tanggal Lahir : Arallae, 09 September 1995  
Jurusan/Prodi : Kimia  
Alamat : BTN, Minasaupa Blok K8 No. 2 Kelurahan Gunung Sari  
Kecamatan Rappocini Makassar, Sulawesi Selatan  
Judul : Sintesis Nanopartikel Mangan Dioksida ( $\text{MnO}_2$ ) Secara  
Sonokimia Sebagai Adsorben Ion Logam Kadmium (Cd)

Menyatakan dengan sesungguhnya dan penuh kesabaran bahwa skripsi ini adalah hasil karya sendiri. Jika dikemudian hari terbukti bahwa ia merupakan duplikat, tiruan, plagiat atau dibuat oleh orang lain, sebagian atau seluruhnya, maka skripsi dan gelar yang diperoleh karenanya batal demi hukum.

Gowa, 09 Agustus 2017

Penyusun,



**ANDI NURAENI**  
NIM: 60500113005

## PENGESAHAN SKRIPSI

Skripsi yang berjudul “**Sintesis Nanopartikel Mangan Dioksida ( $MnO_2$ ) Secara Sonokimia Sebagai Adsorben Ion Logam Kadmium (Cd)**” yang disusun oleh **Andi Nuraeni, NIM: 60500113005**, mahasiswa Jurusan Kimia pada Fakultas Sains dan Teknologi UIN Alauddin Makassar, telah diuji dan dipertahankan dalam sidang munaqasyah yang diselenggarakan pada hari Kamis tanggal 24 Agustus 2017 bertepatan dengan 2 Dzulhijjah 1438 H, dinyatakan telah dapat diterima sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana dalam Ilmu Kimia, Jurusan Kimia (dengan beberapa perbaikan).

Samata-Gowa, **24 Agustus 2017 M**  
**2 Dzulhijjah 1438 H**

### DEWAN PENGUJI

Ketua	: Dr. Muh. Thahir Maloko, M.HI	(.....)
Sekretaris	: Asriani Ilyas, S.Si., M.Si	(.....)
Munaqisy I	: Dra. Sitti Chadijah, M.Si	(.....)
Munaqisy II	: Dr. Maswati Baharuddin, S.Si., M.Si	(.....)
Munaqisy III	: Muhsin Mahfudz, Lc., M.Ag	(.....)
Pembimbing I	: H. Asri Saleh, ST., M.Si	(.....)
Pembimbing II	: Kurnia Ramadani, S.Si., M.Pd	(.....)

Diketahui oleh:

Dekan Fakultas Sains dan Teknologi  
UIN Alauddin Makassar,



**Prof. Dr. Arifuddin, M.Ag**  
NIP. 19691205 199303 1 001

## KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Assalamualaikum Warahmatullahi Wabarakatuh

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah swt atas segala rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Sintesis Nanopartikel Mangan Dioksida ( $\text{MnO}_2$ ) Secara Sonokimia Sebagai Adsorben Ion Logam Kadmium ( $\text{Cd}^{2+}$ )”**, meskipun masih jauh dari kata sempurna. Tak lupa pula *shalawat* dan salam kepada junjungan Rasulullah saw yang telah menjadi suri tauladan bagi seluruh umat manusia. Skripsi ini termasuk dalam salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana pada Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar.

Penulis menyadari bahwa penyusunan skripsi lengkap ini tidak luput dari hambatan dan tantangan. Namun, semua dapat teratasi dengan Ridho Allah swt dan beberapa orang yang terlibat ataupun berperan secara langsung maupun tidak langsung. Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih yang tak terhingga kepada orang tua tercinta, Ibunda Andi Hasidah Sinrang dan Ayahanda Andi Muhammad Pasannai serta Kak Andi Harnia, SKM yang selalu mendoakan dan memberikan dukungan berupa nasehat dan materi berupa yang bersifat membangun serta mendidik penulis dari lahir hingga sekarang ini.

Penulis juga tak lupa menyampaikan rasa terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Prof. Dr. Musafir Pababbari, M.Si, selaku Rektor Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar,

2. Bapak Prof. Dr. Arifuddin, M.Ag, selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar.
3. Ibu Sjamsiah S.Si., M.Si., Ph.D, selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar.
4. Ibu Aisyah S.Si., M.Si, selaku sekretaris Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar.
5. Bapak H.Asri Saleh, ST., M.Si selaku pembimbing I dan Ibu Kurnia Ramadani, S.Si., M.Pd selaku pembimbing II yang telah meluangkan waktu, memberikan arahan termasuk pikiran dan solusi terhadap masalah dalam penelitian dan penyusunan skripsi ini.
6. pikiran dan solusi terhadap masalah dalam penyelesaian penelitian dan penyusunan skripsi ini.
7. Ibu Dra. Sitti Chadijah, M.Si, selaku penguji I yang membantu memberikan saran dan kritikan yang mendukung dalam melengkapi kekurangan-kekurangan dalam skripsi ini.
8. Ibu Dr. Maswati Baharuddin, S.Si., M.Si, selaku penguji II yang memberikan saran dan kritik guna menyempurnakan skripsi ini.
9. Bapak Muhsin Mahfudz, Lc., M.Ag, selaku penguji II yang arahan dalam melengkapi isi dari skripsi ini yang berkaitan dengan keagamaan.
10. Segenap dosen dan staf Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar, terutama dosen yang telah memberikan banyak ilmu di bangku kuliah serta staf jurusan yang membantu dalam hal akademisi.
11. Para laboran Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar, Kak Awal Ip S.Si., M.Si., Kak Ahmad Yani S.Si, Kak Fitri Azis S.Si., S.Pd, Kak

Ismawanti, S.Si, Kak Nuraini, S.Si dan terkhusus untuk Kak Andi Nurahma, S.Si yang sangat banyak membantu dan memberikan solusi terhadap masalah-masalah dalam penelitian serta membantu secara tenaga dan materi.

12. Bapak Sugeng Asrofin, selaku Analis Kimia Fisika Jurusan Kimia FMIPA UNHAS yang banyak membantu dalam penelitian.
13. Bapak Wayang, selaku Dosen Universitas Pattimura Ambon yang selalu memberi solusi dan saran atas kekurangan-kekurangan dalam penelitian.
14. Senior kimia angkatan 2010-2012, adik-adik kimia angkatan 2014-2017 terkhusus kepada Kak Ria Rukmana Yamin, S.Si dan Winda Wiqradhani, S.Si atas sumbangsi pikiran dan solusi permasalahan dalam proses penelitian.
15. Teman-teman seperjuangan Kimia Angkatan 2013 yang banyak memberi dukungan, terkhusus partner penelitian Andi Wahyuni Nur Utami yang saling membangun dalam melengkapi dalam penelitian dan skripsi ini.
16. Saudara Andi Darul Akbar atas bantuannya dalam banyak hal baik berupa sumbangsi waktu, tenaga selama proses penelitian hingga penyelesaian skripsi ini.

Andaikata dalam skripsi ini ada yang kurang mengenai maka penulis sangat mengharapkan saran serta kritik yang dapat memberikan motivasi ke depannya agar lebih baik. Semoga skripsi ini dapat menjadi referensi untuk orang yang berkepentingan. Demikianlah skripsi ini penulis paparkan, semoga bermanfaat Amin Ya Rabbal Alamin.

Wassalamualaikum Warahmatullahi Wabarakatuh

Gowa, 21 Agustus 2017

Andi Nuraeni

## DAFTAR ISI

<b>JUDUL.....</b>	<b>i</b>
<b>PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI.....</b>	<b>ii</b>
<b>PENGESAHAN SKRIPSI.....</b>	<b>iii</b>
<b>KATA PENGANTAR.....</b>	<b>iv</b>
<b>DAFTAR ISI.....</b>	<b>vii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR.....</b>	<b>x</b>
<b>DAFTAR TABEL.....</b>	<b>xi</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN.....</b>	<b>xii</b>
<b>ABSTRAK.....</b>	<b>xiii</b>
<b>ABSTRACT.....</b>	<b>xiv</b>
<b>BAB I     PENDAHULUAN.....</b>	<b>1-9</b>
A. Latar Belakang.....	1
B. Rumusan Penelitian.....	8
C. Tujuan Masalah.....	9
D. Manfaat Penelitian.....	9
<b>BAB II    TINJAUAN PUSTAKA.....</b>	<b>10-32</b>
A. Nanoteknologi.....	10
B. Sonokimia.....	15
1. <i>Ultrasonik</i> .....	18
2. <i>Kavitasi Akustik</i> .....	19
C. Adsorpsi.....	20
D. Logam Kadmium.....	23



E. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	25
F. <i>Transmission Electron Microscopy</i> (SEM).....	27
G. <i>Atomic Absorption Spectrophotometer</i> (AAS).....	29
<b>BAB III METODE PENELITIAN.....</b>	<b>33-37</b>
A. Waktu Dan Tempat.....	33
B. Alat Dan Bahan	
1. Alat Penelitian.....	33
2. Bahan Penelitian.....	33
C. Prosedur Penelitian	
1. Pembuatan Nanopartikel MnO <sub>2</sub> Secara Sonokimia.....	34
2. Analisis dengan XRD.....	34
3. Analisis dengan TEM.....	35
4. Uji adsorbsivitas logam kadmium	
a. Pembuatan Larutan Induk Cd(II) 1000 ppm.....	35
b. Pembuatan Larutan Baku Cd(II) 100 ppm.....	35
c. Pembuatan Larutan Uji Cd(II) 50 ppm.....	35
d. Pembuatan Larutan standar Cd(II).....	36
e. Penentuan Persentase Ion Logam Kadmium Teradsorbsi Terhadap Variasi pH.....	36
f. Penentuan Persentase Ion Logam Kadmium Teradsorbsi Terhadap Variasi Waktu Kontak.....	36
<b>BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>38-54</b>
A. Hasil Penelitian.....	38
B. Pembahasan.....	40



<b>BAB V</b>	<b>PENUTUP.....</b>	<b>55</b>
	A. Kesimpulan.....	55
	B. Saran.....	55
<b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>		<b>56-59</b>
<b>LAMPIRAN-LAMPIRAN.....</b>		<b>60-84</b>
<b>RIWAYAT HIDUP.....</b>		<b>85</b>



UNIVERSITAS ISLAM NEGERI  
**ALAUDDIN**  
M A K A S S A R

## DAFTAR GAMBAR

Gambar II.1 Metode <i>top down</i> dan <i>bottom up</i> nanopartikel.....	13
Gambar II.2 Alat Ultrasonik.....	16
Gambar II.3 Alat <i>X-Ray Diffraction</i> .....	25
Gambar II.4 Alat <i>Transmission Electron Microscopy</i> .....	27
Gambar II.5 Alat <i>Atomic Absorption Spectrophotometer</i> .....	30
Gambar IV.1 Struktur <i>Polyetilenglycol</i> .....	41
Gambar IV.2 Reaksi pengikatan Ion Cd(II) oleh MnO <sub>2</sub> .....	49
Gambar IV.3 Hubungan antara efektivitas penyerapan dan pH.....	50
Gambar IV.4 Hubungan antara efektivitas penyerapan dengan waktu kontak.....	52

## DAFTAR TABEL

Tabel IV.1 Pengaruh waktu dan suhu sonikasi terhadap nanopartikel.....	38
Tabel IV.2 Hasil analisis TEM nanopartikel mangan dioksida.....	39
Tabel IV.3 Adsorptivitas nanopartikel mangan dioksida terhadap logam kadmium (Cd) pada variasi pH.....	39
Tabel IV.4 Adsorptivitas nanopartikel mangan dioksida terhadap logam kadmium (Cd) pada variasi waktu kontak.....	40



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1: Skema alur penelitian.....	60
Lampiran 2: Skema kerja.....	61
Lampiran 3: Analisis XRD ( <i>X-Ray Diffraction</i> ).....	65
Lampiran 4: Perhitungan diameter nanometer pada waktu 120 menit .....	68
Lampiran 5: Perhitungan diameter nanometer pada waktu 180 menit.....	70
Lampiran 6: Data JCPDS.....	72
Lampiran 7: Analisis TEM ( <i>Transmission Electron Microscopy</i> ).....	73
Lampiran 8: Pembuatan larutan.....	74
Lampiran 9: Data Standarisasi.....	76
Lampiran 10: Dokumentasi Penelitian.....	81



## ABSTRAK

**Nama : Andi Nuraeni**

**NIM : 60500113005**

**Judul : Sintesis Nanopartikel Mangan Dioksida ( $\text{MnO}_2$ ) Secara Sonokimia Sebagai Adsorben Ion Logam Kadmium (Cd)**

Logam berat termasuk salah satu pencemar anorganik yang dapat menimbulkan ancaman serius di lingkungan karena bersifat non-biodegradabel dan toksik. Metode yang digunakan untuk mengatasi pencemaran logam adalah adsorpsi menggunakan nanopartikel mangan dioksida yang berasal dari prekursor oksida logam  $\text{KMnO}_4$ . Nanopartikel mangan dioksida dapat disintesis dengan menggunakan metode sonokimia. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh waktu dan suhu terhadap ukuran nanopartikel serta untuk mengetahui efektivitas adsorpsi ion logam kadmium (Cd) oleh nanopartikel mangan dioksida hasil sintesis. Sintesis nanopartikel mangan dioksida secara sonokimia dilanjutkan dengan karakterisasi dengan XRD dan TEM. Hasil karakterisasi lalu diuji efektivitas penyerapannya terhadap ion logam Cd(II) menggunakan instrumen AAS. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa kenaikan waktu dan suhu mempengaruhi ukuran diameter partikel yang dihasilkan yaitu diameter mengecil dan optimum pada waktu 180 menit dan suhu  $65^\circ\text{C}$  yaitu 11,84 nm dengan bentuk kristal tetragonal. Nanopartikel mangan dioksida terbukti mampu menyerap ion logam Cd(II) konsentrasi 50 ppm dengan kondisi optimum pH 4 sebesar 99,07% dan waktu kontak optimum 65 menit sebesar 98,72%.

**Kata kunci:** Adsorpsi, Kadmium (II), Mangan Dioksida, Nanopartikel, Sonokimia.

ALAUDDIN  
M A K A S S A R

## ABSTRACT

**Name : Andi Nuraeni**

**NIM : 60500113005**

**Title : Synthesis Of Manganese Dioxide ( $\text{MnO}_2$ ) Nanoparticles By Sonochemically As Metal Ion Adsorbent Of Cadmium (Cd)**

---

Heavy metals including one of inorganic contaminant that can pose a serious threat in the environment because it is non-toxic and biodegradable. The methods used to tackle pollution of metal adsorption was using nanoparticles of manganese dioxide originating from metal oxide precursors  $\text{KMnO}_4$ . Nanoparticles of manganese dioxide can be synthesized by using the sonochemically method. This research aims to know the influence of time and temperature against the size of nanoparticles as well as to find out the effectiveness of metal ion adsorption of cadmium (Cd) by manganese dioxide nanoparticles synthesis of results. Synthesis of nanoparticles of manganese dioxide in sonochemically followed by characterization by XRD and TEM. The results of the characterization and then tested the effectiveness of absorption against the metal ion Cd(II) using an instrument of AAS. The results of this study showed that the increase in time and temperature affects the size of the diameter of the particle are shrinking and optimum diameter at the time of 180 minutes and a temperature of  $65^\circ\text{C}$  which 11.84 nm with tetragonal crystal form. Nanoparticles of manganese dioxide proved able to absorb metal ion Cd (II) concentration of 50 ppm with pH optimum conditions of 4 amounted to 99.07% and optimum contact time 65 minutes of 98.72%.

**Key Word:** Adsorption, Cadmium (II), Manganese Dioxide, Nanoparticles, Sonochemically,

## BAB I

### PENDAHULUAN

#### A. Latar Belakang

Perkembangan nanoteknologi mendapat perhatian besar dari para ilmuwan dan peneliti di beberapa negara. Negara-negara seperti Amerika Serikat, Jepang, Australia, Kanada dan negara-negara Eropa serta beberapa negara Asia, seperti Singapura, Cina, dan Korea tengah giat-giatnya mengembangkan nanoteknologi. Di Indonesia, perkembangan nanoteknologi masih dalam tahap rintisan karena keterbatasan dana dan fasilitas eksperimen. Dalam periode tahun 2010 sampai 2020 akan terjadi percepatan luar biasa dalam penerapan nanoteknologi di dunia industri. Seiring dengan meningkatnya kebutuhan manusia maka kebutuhan nanoteknologi juga meningkat penggunaannya dalam beberapa bidang khususnya industri dan lingkungan. Berdasarkan data dari Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) tahun 2014 sebanyak 35% industri di Indonesia sudah menerapkan nanoteknologi, persentase ini meningkat jika dibandingkan dengan tahun sebelumnya sebesar 20.3% (Balfas, dkk, 2016: 82).

Pertama kali konsep nanoteknologi diperkenalkan oleh Richard Feynman pada pidato ilmiah yang diselenggarakan oleh *American Physical Society* di *Caltech* (*California Institute of Technology*), 29 Desember 1959 dengan judul “*There’s Plenty of Room at the Bottom*”. Istilah nanoteknologi pertama kali diresmikan oleh Prof Norio Taniguchi dari *Tokyo Science University* tahun 1974 dalam makalahnya yang berjudul “*On Basic Concept of Nano-Technology*”. Salah satu nanoteknologi yang paling banyak digunakan saat ini adalah nanopartikel (Balfas, dkk, 2016: 82).



Pemanfaatan nanopartikel meningkat dikarenakan memiliki toksisitas rendah, proses sintesis yang lebih mudah serta bersifat magnetik (Fajaroh dkk, 2011). Sifat magnetiknya sebagian besar dipengaruhi oleh morfologi, ukuran dan karakteristik. Selain itu luas permukaan partikel yang besar juga menjadi salah satu keunggulan nanopartikel sehingga memiliki kapasitas besar untuk mengadsorpsi (Riyanto, 2012). Perlu diketahui bahwa 1 nanometer sama dengan  $10^{-9}$  meter. Sintesis nanopartikel merupakan kajian yang berkembang saat ini, hal ini disebabkan karena memiliki aplikasi yang beragam seperti pertukaran ion, elektroda dan penyimpanan energi seperti material oksida mangan.

Oksida mangan termasuk salah satu material dari golongan transisi yang banyak diteliti. Diantara senyawa oksida mangan yang banyak dikenal adalah padatan MnO yang berwarna hijau terang,  $Mn_3O_4$ ,  $Mn_2O_3$  dan  $MnO_2$  yang berwarna coklat hitam dan oksida ini ditemukan secara alami di alam. Material mangan oksida berwarna hitam-kecoklatan secara khas terdapat dalam bentuk butiran yang bagus, kristalin dan lapisan. Kristalin oksida mangan merupakan material yang mempunyai sifat yang dapat mengadsorpsi molekul (*molecule adsorptive*) dan sebagai penukar kation (*cation-exchange*) yang baik (Ningsih, 2015: 1).

Proses sintesis nanopartikel mangan dioksida ( $MnO_2$ ) dapat dilakukan dengan menggunakan kalium permanganat ( $KMnO_4$ ). Kalium permanganat telah digunakan sebagai zat di aplikasi medis dan sebagai elektron katoda akseptor elektron dengan menghasilkan berbagai jenis oksida mangan nanomaterial. Kalium permanganat sebagai prekursor untuk mensintesis mangan dioksida struktur nano dengan bentuk kristalografi yang berbeda dengan dan permukaan yang luas (Ahmed, 2016: 412). Penambahan polimer PEG (polietilen glikol) sebagai surfaktan yang dapat

mengontrol ukuran dan morfologi permukaan material sintesis sehingga permukaannya homogen termasuk material oksida mangan.

Secara umum, metode sintesis material oksida mangan menggunakan metode kopresitasi, hidrotermal, sol-gel, elektrokimia telah dilaporkan ini memerlukan waktu yang relatif lama, untuk itu diperlukan suatu pengembangan metode sintesis yang sederhana dan cepat namun mampu menghasilkan material dengan area permukaan yang luas, kemurnian tinggi dan memiliki bentuk dan ukuran yang seragam. Metode sintesis yang dipilih adalah sonokimia (Ardiansyah dan Evi, 2014: 1025).

Metode sonokimia memanfaatkan gelombang ultrasonik dengan frekuensi tinggi yang diradiasikan ke dalam larutan menyebabkan terjadinya tumbukan antar partikel (Ardiansyah dan Evi, 2014: 1025). Selain metodenya lebih mudah dan jalur reaksinya lebih cepat, metode sonokimia juga memiliki kelebihan dapat memecah kristal berukuran besar menjadi kristal berukuran kecil hingga berskala nano. sehingga dapat meningkatkan luas permukaan dan mengurangi terjadinya aglomerasi karena gelombang suara pada metode sonikasi dapat memisahkan penggumpalan sehingga terdapat rongga pemisah antara partikel.

Allah SWT berfirman dalam Q.S Al-Ankabut/29: 40

فَكُلًّا أَخَذْنَا بِذَنْبِهِ ۖ فَمِنْهُمْ مَّنْ أَرْسَلْنَا عَلَيْهِ حَاصِبًا وَمِنْهُمْ مَّنْ أَخَذَتْهُ الصَّيْحَةُ  
وَمِنْهُمْ مَّنْ خَسَفْنَا بِهِ الْأَرْضَ وَمِنْهُمْ مَّنْ أَغْرَقْنَا وَمَا كَانَ اللَّهُ لِيُظْلِمَهُمْ  
وَلَكِنْ كَانُوا أَنْفُسَهُمْ يَظْلِمُونَ ﴿٤٠﴾

Terjemahnya:

“Maka masing-masing (mereka itu) Kami siksa disebabkan dosanya, maka di antara mereka ada yang Kami timpakan kepadanya hujan batu kerikil dan di

antara mereka ada yang ditimpa suara keras yang mengguntur, dan di antara mereka ada yang Kami benamkan ke dalam bumi, dan di antara mereka ada yang Kami tenggelamkan, dan Allah sekali-kali tidak hendak menganiaya mereka, akan tetapi merekalah yang menganiaya diri mereka sendiri” (Kementerian Agama RI, 2016: 401).

Kata *Asshayhatu* (الصَّيْحَةُ) berasal dari kata *Shayhatu* (صَيْحَةً) yang berarti teriakan, azab dimana umat-umat yang mendustakan rasul-rasul akan dihancurkan suara keras yang menggelegar (teriakan, azab) dan memusnahkan sebagai balasan dari perbuatannya (Shihab, 2009: 582). Ayat tersebut menjelaskan bahwa demikian buruknya akibat kekufuran dan kemaksiatan mereka, sampai mereka tidak berdaya sedikitpun dan suara yang dahsyat menghancurkan mereka padahal mereka tadinya mereka bertubuh besar-besar dan kuat-kuat. Seperti halnya dalam proses sonokimia yang memanfaatkan energi suara yang akan memecah kristal besar menjadi kristal kecil berukuran nano.

Ukuran material sintesis secara sonokimia dapat dipengaruhi oleh waktu dan suhu. Semakin lama waktu sonikasi maka ukuran kristal yang dihasilkan semakin kecil. Akan tetapi, beberapa penelitian membuktikan bahwa waktu yang lebih lama akan membuat ukuran kristal membesar. Oleh sebab itu perlu dilakukan variasi waktu untuk memperoleh waktu sonikasi optimum. Sedangkan suhu juga mempengaruhi ukuran kristal, semakin tinggi suhu sonikasi, maka ukuran partikel semakin mengecil. Hal ini disebabkan adanya batasan energi (suhu) yang diberikan agar memberikan dampak maksimal, ketika batasan energi dilewati atau suhu yang terlalu tinggi maka efektivitas reaksi menjadi berkurang (Firnando dan Astuti, 2015: 2-3).

Salah satu yang diunggulkan pada sintesis nanopartikel secara sonokimia yaitu menghasilkan material berukuran kecil dan luas permukaan yang besar sehingga dapat diaplikasikan ke lingkungan sebagai sensor polusi, katalis lingkungan,

penangkap polutan dan penanganan pencemaran air limbah dengan proses adsorpsi yang efektif.

Proses adsorpsi termasuk salah satu metode pengolahan limbah yang paling banyak dimanfaatkan. Adsorpsi merupakan suatu proses yang terjadi ketika suatu fluida terikat pada suatu padatan dan akhirnya membentuk lapisan tipis pada permukaan tersebut. Metode adsorpsi dipengaruhi oleh luas permukaan suatu materi.

Proses adsorpsi membutuhkan media yang disebut adsorben. Beberapa media adsorben seperti karbon aktif, zeolit dan silika gel. Adsorben tersebut terbukti dapat menurunkan konsentrasi logam berat namun metodenya masih tergolong sulit dan efektifitas penyerapan masih rendah. Terkait hal tersebut, telah dikembangkan media adsorben baru yaitu material berukuran nanometer disebut nanopartikel karena material dalam ukuran nanometer tersebut mempunyai luas permukaan sangat besar yang diunggulkan pada banyak aplikasi, salah satunya sebagai adsorben logam berat.

Daya adsorpsi terhadap logam berat termasuk salah satu karakter penting dari material nano, mengingat lingkungan dan kehidupan di bumi saat ini menghadapi ancaman yang serius dari pencemaran logam berat akibat meningkatnya populasi dan industri di dunia (Feng, dkk, 2010: 487). Al-Qur'an pun menjelaskan tentang pencemaran lingkungan sebagaimana dalam firman Allah pada Q.S Ar-Rum/30: 41

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا

لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ ﴿٤١﴾

Terjemahnya:

“Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)” (Kementerian Agama RI, 2016: 407).

Kata *Fasadu* (الْفَسَادُ) berasal dari kata *Fasad* (فَسَاد) yang berarti kerusakan/kerusuhan dan (لِيُذِيقَهُمْ) yang berarti agar dia merasakan kepada mereka. Telah nampak kerusakan di darat seperti kekeringan dan hilangnya rasa aman dan di laut, seperti kekurangan hasil laut dan sungai disebabkan karena perbuatan tangan manusia yang durhaka sehingga Allah mencicipkan, yakni merasakan sedikit kepada mereka sebagian dari akibat perbuatan dosa dan pelanggaran mereka agar mereka kembali ke jalan yang benar (Shihab, 2009: 236). Berdasarkan ayat tersebut dijelaskan bahwa darat dan laut sebagai tempat terjadinya kerusakan (pencemaran lingkungan). Pencemaran lingkungan yang terjadi tidak terlepas dari aktivitas manusia kurang menjaga kelestarian lingkungan, sehingga dapat mempengaruhi kelangsungan hidup manusia dan lingkungan sekitarnya, sama halnya dengan pencemaran oleh limbah. Limbah yang mengandung logam berat dapat merugikan lingkungan dan manusia itu sendiri.

Pembuangan limbah yang terkontaminasi oleh lingkungan (sumber air tanah/tanah permukaan) menjadi masalah utama pencemaran karena bersifat toksik dan tak terdegradasi secara biologis. Jenis logam berat yang terkandung seperti logam merkuri (Hg), kadmium (Cd), timbal (Pb), tembaga (Cu), perak (Ag) dan sebagainya.

Logam kadmium (Cd) tergolong sebagai salah satu jenis logam berat berbahaya karena beresiko tinggi terhadap pembuluh darah. Logam kadmium bersifat toksik walaupun konsentrasi rendah 0,0001 mg/L (Feng, dkk, 2010: 487). Kadmium berpengaruh terhadap manusia dalam jangka waktu panjang dan dapat terakumulasi pada tubuh khususnya hati dan ginjal. Jumlah normal kadmium di tanah berada di bawah 1 ppm. Kadmium lebih mudah diakumulasi oleh tanaman dibandingkan dengan logam lainnya. Logam ini bergabung dengan timbal dan merkuri sebagai *the*

*big three heavy metal* (tiga logam mematikan) yang memiliki tingkat bahaya tertinggi pada kesehatan manusia (Palar, 2008). Kadmium merupakan bahan beracun yang menyebabkan keracunan kronik pada manusia. Tingkat maksimum kandungan Cd yang diperbolehkan pada air minum adalah 0,003 mg/L atau setara dengan 0,003 ppm (Permenkes RI Nomor 492 Tahun 2010 Tentang Persyaratan Kualitas Air Minum).

Beberapa penelitian tentang sintesis nanopartikel telah banyak dilakukan dengan berbagai macam material tergantung jenis nanopartikel yang akan dihasilkan. Seperti dalam penelitian Saridewi, dkk (2015), studi tentang sintesis nanomaterial mangan oksida dengan metode bebas pelarut menggunakan variasi variasi suhu 90 °C, 120 °C dan 150°C. Pola difraksi XRD yang dihasilkan menunjukkan bahwa mangan oksida yang terbentuk merupakan  $\beta$ -MnO<sub>2</sub> (*pyrolusite*) pada suhu optimum 120°C. Material yang dihasilkan juga memiliki range nanopartikel dimana ukuran kristalnya mencapai 14.08 nm sementara morfologinya berbentuk bulatan. Mangan oksida yang dihasilkan ini dapat mendegradasi zat warna rhodamin B. Penelitian Firnando dan Astuti (2015), mengenai pengaruh suhu pada proses sonikasi terhadap morfologi partikel dan kristalinitas nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> disintesis dengan metode sonikasi dengan variasi suhu sonikasi 50°C, 60°C dan 65°C dan waktu 180 menit diperoleh hasil analisis ukuran partikel sampel berkisar antara 25 nm pada suhu optimum 65°C dengan hasil SEM menunjukkan semakin tinggi suhu sonikasi, morfologi semua sampel semakin homogen dan rongga pemisah antara partikel lebih kecil. Penelitian Delmifiana dan Astuti, (2013), mengenai pengaruh sonikasi terhadap struktur dan morfologi nanopartikel magnetik (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) yang disintesis dengan menggunakan variasi waktu 60 menit, 120 menit, 180 menit dan 240 menit menghasilkan partikel berukuran 10 nm-50 nm. Ukuran kristal paling kecil yaitu pada

waktu optimum sonikasi selama 180 menit sebesar 41,6 nm. Ningsih, dkk (2014), dalam penelitiannya berhasil mensintesis nanopartikel *magnetite* ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) dengan metode elektrokimia yang dapat mengadsorpsi ion kadmium sebesar 96,37% dalam 50 mg nanopartikel *magnetite* hasil sintesis. Hasil tersebut membuktikan bahwa nanopartikel efektif untuk diaplikasikan sebagai bahan pengadsorpsi untuk pencemaran logam berat khususnya ion kadmium yang terdapat dalam limbah. Berdasarkan uraian latar belakang tersebut, maka dilakukan penelitian aplikasi nanopartikel mangan dioksida hasil sintesis menggunakan kalium permanganat dengan metode sonokimia pada uji adsorbsivitas logam kadmium.

### **B. Rumusan Masalah**

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh waktu dan suhu ultrasonik terhadap ukuran nanopartikel mangan dioksida ( $\text{MnO}_2$ )?
2. Bagaimana karakteristik nanopartikel mangan dioksida ( $\text{MnO}_2$ ) hasil sintesis secara sonokimia menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Transmission Electron Microscopy* (TEM) ?
3. Berapa besar efektivitas nanopartikel mangan dioksida ( $\text{MnO}_2$ ) dalam mengadsorpsi ion logam kadmium (Cd)?



### **C. Tujuan Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Untuk mengetahui pengaruh waktu dan suhu ultrasonik terhadap ukuran nanopartikel mangan dioksida ( $\text{MnO}_2$ ).
2. Untuk mengetahui karakteristik nanopartikel nanopartikel mangan dioksida ( $\text{MnO}_2$ ) hasil sintesis secara sonokimia menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Transmission Electron Microscopy* (TEM).
3. Untuk mengetahui besar efektifitas nanopartikel nanopartikel mangan dioksida ( $\text{MnO}_2$ ) dalam mengadsorpsi ion logam kadmium (Cd).

### **D. Manfaat Penelitian**

Manfaat dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Dapat memberikan informasi tentang aplikasi nanopartikel mangan dioksida ( $\text{MnO}_2$ ) secara sonokimia dalam mengadsorpsi logam kadmium (Cd) sehingga dapat diaplikasikan terhadap limbah cair laboratorium kimia anorganik UIN Alauddin Makassar.
2. Dapat dijadikan sebagai referensi pembelajaran untuk penelitian selanjutnya.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### ***A. Nanoteknologi***

Nanoteknologi merupakan teknologi berbasis pengelolaan materi yang berukuran nanometer atau satu per miliar meter ( $10^{-9}\text{m}$ ). Nanoteknologi menyebabkan berkembangnya penelitian tentang partikel berukuran nanometer atau disebut dengan nanopartikel. Partikel ukuran nanometer memiliki luas permukaan yang besar dengan mengecilnya ukuran (Abdullah dan Khairurijal, 2010: 1-3).

Prinsip dasar dari teknologi nano adalah pemanfaatan struktur berskala nano, menjadi divisi-divisi berukuran sangat kecil yang memberikan performa hasil yang tidak dapat diperoleh dengan material berukuran ruah (*bulk*/bentuk kasar). Kunci utama dari rekayasa berskala nanometer ini terletak pada sinergi yang ditimbulkan oleh adanya efek ukuran (*volume/size effect*), efek permukaan (*surface effect*) dan interaksi antara domain. Semakin kecil ukuran material, maka rasio luas permukaan terhadap volume akan semakin besar dibandingkan material ruahnya. Hal ini juga mengakibatkan jumlah atom yang berinteraksi dengan lingkungan akan semakin banyak sehingga reaksi fungsional akan berlangsung di tiap-tiap area permukaan partikel nano (Ramahdita, 2011: 1).

Nanoteknologi saat ini berkembang begitu pesat di semua bidang ilmu pengetahuan dan teknologi seperti elektronik, penerbangan, pertahanan, kedokteran, dan kesehatan. Hal tersebut berkaitan dengan model, sintesis, karakterisasi serta aplikasi material dan peralatan dalam skala nanometer. Sifat fisika, kimia dan biologis skala nano berbeda dari sifat atom dan molekul dalam material yang besar.

Oleh karena itu, hal tersebut memberikan kesempatan untuk mengembangkan kelas baru pada kemajuan material yang memenuhi tuntutan aplikasi berteknologi tinggi (Rahman dan Vejayakumaran, 2012: 1).

Menurut Riwayati (2007: 18), nanoteknologi memiliki beberapa karakteristik antara lain sebagai berikut:

- a. Ukuran nanoteknologi mempunyai luas permukaan yang lebih besar dibandingkan dengan massa yang sama tetapi ukuran partikel lebih besar.
- b. Nanoteknologi memiliki kemampuan untuk menembus membran sel, sehingga material tersebut secara kimia lebih reaktif dan dapat mempengaruhi sifat-sifat kekuatan serta kelistrikannya.
- c. Memiliki efek kuantum yang dapat mempengaruhi sifat dari material berskala nano, terutama pada sifat optikal, elektrik dan sifat magnetik dari material tersebut.

Riset nanoteknologi sangat berkembang di negara Jepang dan Amerika Serikat. Penelitian nanopartikel dapat diaplikasikan secara luas seperti dalam bidang lingkungan, elektronik, optis, dan biomedis (Wahyudi, dkk, 2011: 55).

Nanopartikel didefinisikan sebagai partikel-partikel padatan dengan ukuran partikel berkisar 1-100 nm. Nanopartikel menarik karena sifat-sifat material yang meliputi sifat fisis, kimiawi maupun biologi berubah ketika dimensi material masuk ke dalam skala nanometer. Sifat-sifat tersebut bergantung pada ukuran, bentuk, kemurnian, permukaan maupun topologi material. Bahan nanopartikel mempunyai ukuran yang dapat dikontrol dalam pembentukannya dari 1 nm sampai 10 nm, karena ukuran yang kecil dibandingkan dengan sel, virus atau gen. Adapun standarisasi ukuran nanopartikel yang diharapkan antara 20-50 nm. Partikel yang lebih kecil dari

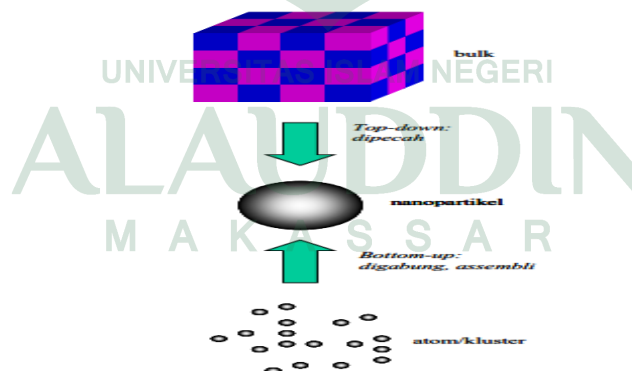
20 nm akan cenderung kehilangan sifat magnetisnya, sedangkan yang berukuran lebih besar dari 50 nm akan cenderung mengendap karena pengaruh gaya gravitasi (Susanti, 2014: 1-2).

Material nanopartikel telah banyak menarik peneliti karena material nanopartikel menunjukkan sifat fisika dan kimia yang sangat berbeda dari *bulk* materialnya seperti kekuatan mekanik, elektronik, magnetik, kestabilan termal, katalitik dan optik. Ada dua hal utama yang membuat nanopartikel berbeda dengan material sejenis dalam ukuran besar. Pertama karena ukurannya yang kecil, nanopartikel memiliki nilai perbandingan antara luas permukaan dan volume yang lebih besar jika dibandingkan dengan partikel sejenis dalam ukuran besar. Ini membuat nanopartikel bersifat lebih reaktif. Reaktivitas material ditentukan oleh atom-atom di permukaan, karena hanya atom-atom tersebut yang bersentuhan langsung dengan material lain. Kedua, ketika ukuran partikel menuju orde nanometer, hukum fisika yang berlaku lebih didominasi oleh hukum-hukum fisika kuantum (Ningsih, dkk: 2013: 7).

Sintesis nanopartikel dapat dilakukan dalam fasa padat, cair maupun gas. Proses sintesis pun dapat berlangsung secara fisika atau kimia. Proses sintesis secara fisika tidak melibatkan reaksi kimia, yang terjadi hanya pemecahan material besar menjadi material berukuran nanometer atau penggabungan material berukuran sangat kecil, seperti kluster menjadi partikel berukuran nanometer tanpa mengubah sifat bahan. Proses sintesis secara kimia melibatkan reaksi kimia dari sejumlah material awal (*precursor*) sehingga dihasilkan material lain yang berukuran nanometer (Abdullah, dkk, 2008: 33).

Beberapa kelebihan nanopartikel adalah kemampuan untuk menembus ruang-ruang antar sel yang hanya dapat ditembus oleh ukuran partikel koloidal, kemampuan untuk menembus dinding sel yang lebih tinggi, baik melalui difusi maupun opsonifikasi dan fleksibilitasnya untuk dikombinasi dengan berbagai teknologi lain sehingga membuka potensi yang luas untuk dikembangkan pada berbagai keperluan dan target. Kelebihan lain dari nanopartikel adalah adanya peningkatan afinitas dari sistem karena peningkatan luas permukaan kontak pada jumlah yang sama (Kawashima, 2000: 78).

Secara garis besar sintesis nanopartikel dapat dilakukan dengan metode *top down* (fisika) dan metode *bottom up* (kimia). Metode fisika yaitu dengan cara memecah padatan logam menjadi partikel-partikel kecil berukuran nano sedangkan metode kimia dilakukan dengan cara membentuk partikel-partikel nano dimulai dari atom-atom atau molekul-molekul atau kluster-kluster yang membentuk partikel berukuran nanometer yang dikehendaki (Wahyudi, dkk, 2011: 55).



**Gambar II.1** Metode *top down* dan *bottom up*  
(sumber: Addullah, dkk, 2008: 33).

Nanopartikel yang menarik perhatian para peneliti akhir-akhir ini adalah nanopartikel mangan dioksida ( $\text{MnO}_2$ ) karena jumlahnya yang melimpah, murah dan *ramah lingkungan*.

Mangan dioksida merupakan oksida mangan yang memiliki berbagai polimorfi struktur kristal seperti  $\beta$ -,  $\alpha$ -,  $\delta$ -, dan  $\gamma$ -  $\text{MnO}_2$ . Setiap material oksida mangan ini terdiri atas suatu struktur *tunnel*.  $\beta$ - $\text{MnO}_2$  (*pyrolusite*),  $\alpha$ - $\text{MnO}_2$  (*ramsdellite*),  $\gamma$ - $\text{MnO}_2$  (*nsutite*) dan  $\delta$ - $\text{MnO}_2$  (*vernadite*). Dengan struktur *tunnel* yang dimiliki oleh material oksida mangan ini maka banyak digunakan sebagai selektif katalis, penukar ion dan penukar molekul (Saridewi, dkk, 2015: 114).

Struktur nano dianggap penting karena memiliki luas permukaan tinggi yang dapat meningkatkan situs reaktif. Nanopartikel mangan dioksida memiliki aplikasi potensi besar di bidang penanganan lingkungan sebagai generasi baru yang ramah lingkungan. Mangan dioksida adalah salah satu bahan yang memiliki keuntungan dalam aplikasi potensial seperti pertukaran kation. Metode sintesis nanopartikel mangan dioksida dengan struktur berpori dapat menghilangkan zat-zat berbahaya (organik dan anorganik) dalam larutan (Kumar, dkk, 2014: 102-103).

Partikel logam oksida seperti  $\text{MnO}_2$  yang mempunyai diameter antara 1-100 nanometer (nm) memiliki luas permukaan yang besar sehingga akan meningkatkan kereaktifan kimia, mekanik, elektronik, magnetik, optik dan sifat fisika-kimia suatu bahan. Mangan dioksida merupakan salah satu logam oksida yang digunakan dalam proses degradasi, aplikasi kapasitor elektrokimia, sebagai perantara dalam proses elektrosintesis (Hasan, dkk, 2015: 389).

Ada beberapa cara yang dilakukan oleh para peneliti dalam menghasilkan partikel mangan oksida diantaranya adalah mangan oksida yang dapat disintesis dengan menggunakan beberapa metode. Sintesis terbaru adalah menggunakan proses sonokimia, dimana dihasilkan partikel dengan waktu yang cepat dan berukuran nano (Hasan, dkk, 2015: 389).

## B. Sonokimia

Sonokimia adalah suatu metode sintesis material dengan menggunakan energi suara untuk mendorong perubahan fisika dan kimia dalam medium cairan. Metode sonokimia menggunakan gelombang suara sebagai sumber energi (Ningsih, 2016: 95). Gelombang suara dengan frekuensi tinggi dapat memecah kristal menjadi ukuran kecil. Hal ini juga telah dijelaskan dalam firman Allah SWT dalam Q.S. Hud: 11/67

وَأَخَذَ الَّذِينَ ظَلَمُوا الصَّيْحَةَ فَأَصْبَحُوا فِي دِيرِهِمْ جَثَمِينَ ﴿٦٧﴾

Terjemahnya:

“Dan satu suara keras yang mengguntur menimpa orang-orang yang zalim itu, lalu mereka mati bergelimpangan di rumahnya” (Kementerian Agama RI, 2016: 229).

Kata *Asshayhatu* (الصَّيْحَةُ) yang menandakan teriakan atau satu suara keras yang disertai goncangan dan petir menimpa mereka karena mereka menzalimi diri dengan kekafiran dan permusuhan. Kemudian mereka binasa, mati bergelimpangan di tempat tinggal mereka dengan wajah tertelungkup, tanpa gerak sedikit pun (Shihab, 2009: 17). Pada ayat tersebut menjelaskan bahwa satu suara itu ialah tanda hari kiamat dan suara ini amat keras dan cepat yaitu suara tiupan sangkalala pertama yang menghancurkan bumi ini sama halnya dengan proses sonokimia energi suara yang disertai getaran memiliki kekuatan yang dahsyat dalam menghancurkan kristal.

Metode sonokimia secara luas digunakan untuk sintesis material baru yang memiliki sifat yang bagus dan menghasilkan material dengan ukuran yang lebih kecil dan luas permukaan yang tinggi. Efek kimia dari gelombang suara menghasilkan kavitasi akustik yaitu terjadinya pembentukan dan pertumbuhan busa pada cairan dan kemudian gelembung atau busa pecah menyebabkan energi lokal *hotspot* di dalam ultrasonik meningkat.



Prinsip dari metode sonokimia adalah memanfaatkan gelombang ultrasonik dengan frekuensi sangat tinggi yang diiradiasikan ke dalam larutan. Ketika suatu larutan diiradiasi dengan gelombang ultrasonik, maka dalam larutan tersebut terjadi tumbukan antarpartikel penyusun larutan yang bertekanan tinggi. Ketika antarpartikel penyusun kecil ini saling bertumbukan, maka suhu lokal bisa mencapai 5000 K dengan laju pendinginan  $10^{10}$  K/s (Suslick dan Gareth, 1999: 296).

Menurut Suslick dan Gareth (1999: 297), metode sonokimia memiliki beberapa kelebihan antara lain sebagai berikut:

1. Waktu reaksi lebih cepat dan hasilnya lebih banyak
2. Membutuhkan energi yang lebih kecil dengan temperatur reaksi rendah
3. Memungkinkan reaksi intermediet/antara, untuk tahap reaksi berikutnya, misalnya tahap kalsinasi

Sonokimia menggunakan aplikasi ultrasonik dalam reaksi kimia. Ultrasonik memiliki rentang frekuensi antara 20 kHz-10 MHz. Ultrasonik dapat dibagi atas tiga, yaitu frekuensi rendah, ultrasonik berkekuatan tinggi (20–100 kHz); frekuensi sedang (kekuatan ultrasonik sedang, 100kHz–2MHz), dan frekuensi tinggi (kekuatan ultrasonik rendah (2–10 MHz). Frekuensi yang mempunyai rentangan 20 kHz–2 MHz yang digunakan dalam proses sonokimia (Ningsih, 2016: 95).



**Gambar II.2.** Alat ultrasonik  
(sumber: [www.ims.uconn.edu](http://www.ims.uconn.edu))

Metode sonokimia banyak dilakukan karena pengaruh sonikasi yang dapat menghasilkan sampel kristal partikel nanomagnetik. Selain itu, metode ini menggunakan *ultrasonic bath* dengan frekuensi tinggi seperti 20 kHz atau 56 kHz untuk memecah ion-ion metal dalam molekul sehingga diharapkan proses pertumbuhan kristal dapat berlangsung dengan cepat dan dapat menghindarkan terjadinya oksidasi pada ion-ion metal yang mengakibatkan terbentuknya partikel amorf. Mengacu pada penelitian ini, maka penggumpalan partikel dapat diatasi dengan metode sonikasi dimana hasil menunjukkan pengaruh suhu terhadap proses sonikasi dimana semakin tinggi suhu sonikasi, morfologi semua sampel semakin homogen dan rongga pemisah antara partikel lebih kecil (Firnando dan Astuti, 2015: 2).

Salah satu zat yang dapat dipakai untuk membentuk dan mengontrol morfologi ukuran dan struktur pori adalah *polyethylene glycol* (PEG). Dalam hal ini PEG dapat berfungsi sebagai *template* dan juga pembungkus partikel sehingga tidak terbentuk agregat, hal ini dikarenakan PEG terjebak pada permukaan partikel dan menutupi ion positif besi, dan pada akhirnya akan diperoleh hasil partikel dengan bentuk bulatan yang seragam (Perdana, 2012: 1).

Suhu optimum untuk proses sonikasi yaitu pada suhu 50 °C karena dengan suhu yang tinggi maka kecepatan reaksi akan semakin besar dan dispersi ukuran lebih seragam serta ukuran partikel yang lebih kecil. Akan tetapi pada suhu yang sangat tinggi akan menyebabkan pembentukan inti kristal terlalu cepat sehingga inti kristal cenderung mengalami agregasi sehingga ukuran partikelnya lebih besar (Wei dan Chang, 2008: 689).

Penelitian Delmifiana dan Astuti (2013) menunjukkan bahwa waktu sonikasi juga dapat mempengaruhi ukuran partikel dimana semakin lama waktu sonikasi ukuran partikel cenderung lebih homogen dan mengecil yang akhirnya menuju ukuran nanopartikel yang stabil serta penggumpalan pun semakin berkurang. Hal ini disebabkan karena gelombang kejut pada metode sonikasi dapat memisahkan penggumpalan partikel (*agglomeration*) dan terjadi disperse sempurna dengan penambahan surfaktan sebagai penstabil.

Sonokimia biasanya menggunakan frekuensi antara 20 dan 40 kHz karena pada kisaran frekuensi tersebut merupakan kisaran frekuensi yang umum yang digunakan pada laboratorium. Metode sonokimia terjadi efek kavitasi, prosesnya diawali terbentuknya gelembung diikuti dengan pertumbuhan gelembung mencapai ukuran stabil dan akhirnya pecah dengan temperatur yang tinggi (Bahanan, 2010: 33).

### **1. Ultrasonik**

Gelombang ultrasonik adalah gelombang suara yang memiliki frekuensi tinggi di atas ambang pendengaran manusia yaitu di atas 20 KHz, di mana pada frekuensi tersebut manusia tidak dapat mendengar. Para ilmuwan menemukan bahwa ketika gelombang ultrasonik melalui medium sebagai gelombang tekanan dapat meningkatkan terjadinya reaksi kimia. Hal tersebut dikarenakan gelombang suara ultrasonik yang melalui medium diubah menjadi gelombang tekanan yang kemudian mempengaruhi panas dan tekanan yang pada akhirnya dapat meningkatkan reaksi kimia yang terjadi (Bahanan, 2009: 29).

Pemberian gelombang ultrasonik pada suatu larutan dapat menyebabkan molekul-molekul yang terkandung di dalam larutan berosilasi terhadap posisi rata-ratanya, larutan akan mengalami rapatan dan regangan. Ketika energi diberikan

oleh gelombang ultrasonik cukup besar maka renggangan gelombang dapat memecah ikatan antar molekul larutan dan molekul larutan yang terpecah ikatannya akan memerangkap gas-gas yang terlarut di dalam larutan ketika timbul rapatan kembali. Akibatnya gelembung yang berisi gas yang terperangkap disebut kavitasi. Ketika gelembung mengecil terjadi tekanan yang sangat besar begitupun dengan suhunya yang semakin tinggi. Reaksi kimia berlangsung di dalam gelembung akibat tekanan dan suhu yang sangat tinggi. Untuk itu, senyawa kimia diharapkan bereaksi harus memasuki gelembung (Timuda, 2009: 19-20).

## **2. Kavitasi Akustik**

Kavitasi adalah proses terbentuknya gelembung mikro di dalam media perantara dalam hal ini cairan akibat pengaruh gelombang ultrasonik yang diberikan. Proses peregangan dan tekanan membuat gelombang kavitasi tersebut mengecil dan membesar sebagaimana perubahan gradient tekanan yang terjadi pada lingkungan. Kavitasi akustik dihasilkan oleh ultrasonik, dimana gelombang tersebut menghasilkan noda dan anti noda yang berhubungan dengan tegangan dan regangan yang terjadi pada gelombang suara. Ketika tekanan luar rendah, gelembung melebar dan luas permukaan meningkat yang dapat menyebabkan gas/uap terdifusi ke dalam gelembung. Hasilnya tekanan di dalam meningkat. Lalu ketika tekanan di luar meningkat lagi maka ada tekanan di dalam yang kemudian menyebabkan gelembung pecah menjadi ukuran yang lebih kecil. Pada saat yang sama, meningkatnya tekanan di dalam akan memaksa gas/uap untuk berdifusi keluar cairan. Semakin lama siklus dari kavitasi tersebut maka kavitasi yang terbentuk akan semakin banyak. Pertumbuhan dari kavitasi ini akan mencapai titik kritis ketika secara efisien dapat menyerap energi dari iradiasi ultrasonik (ukuran kritis) (Bahanan, 2009: 32).

Ultrasonik digunakan untuk sintesis nanopartikel sehingga memiliki permukaan yang luas dan dapat diaplikasikan sebagai adsorben pada proses adsorpsi.

### **C. Adsorpsi**

Adsorpsi merupakan salah satu metode yang paling populer dan efektif untuk menanggulangi pencemaran logam berat, karena proses adsorpsi menawarkan fleksibilitas dalam desain dan operasinya. Adsorpsi didasarkan pada interaksi ion logam dan gugus fungsional pada permukaan adsorben melalui interaksi pembentukan kompleks dan biasanya terjadi pada permukaan padatan yang kaya gugus fungsional (Pang, dkk, 2011: 278).

Adsorpsi adalah proses akumulasi adsorbat pada permukaan adsorben yang disebabkan oleh gaya tarik antar molekul adsorbat dengan permukaan adsorben. Interaksi yang terjadi pada molekul adsorbat dengan permukaan kemungkinan diikuti lebih dari satu interaksi, tergantung pada struktur kimia masing masing komponen (Setyaningtyas dan Sryanti, 2005: 23).

Molekul-molekul pada permukaan zat padat atau zat cair, mempunyai gaya tarik ke arah dalam karena tidak ada gaya-gaya yang mengimbangi. Adanya gaya-gaya ini menyebabkan zat padat dan zat cair mempunyai gaya adsorpsi. Adsorpsi berbeda dengan absorpsi. Pada absorpsi zat yang diserap masuk ke dalam adsorben sedangkan pada adsorpsi zat yang diserap hanya pada permukaan saja. Suatu zat padat dapat menarik molekul gas atau cair pada permukaannya. Hal ini disebabkan adanya kesetimbangan pada permukaan padatan. Adsorpsi terjadi pada permukaan zat padat karena adanya gaya elektrostatis atau gaya tarik antar molekul pada permukaan zat padat. Bila dalam larutan ada dua jenis zat atau lebih, zat yang

satu akan diserap lebih kuat dari zat lain. Adsorben padat yang baik yaitu porositas tinggi, permukaannya luas sehingga terjadi pada banyak tempat (Sukardjo, 2002).

Menurut Atkins (1997), proses adsorpsi terbagi menjadi dua yaitu sebagai berikut:

#### 1. Adsorpsi Fisika

Terjadi karena gaya Van Der Waals dimana ketika gaya tarik molekul antara larutan dan permukaan media lebih besar daripada gaya tarik substansi terlarut dan larutan sehingga substansi terlarut akan diadsorpsi oleh permukaan media. Adsorpsi fisik ini memiliki gaya tarik Van der Waals yang kekuatannya relatif kecil.

#### 2. Adsorpsi Kimia

Terjadi karena adanya reaksi kimia antara molekul-molekul adsorbat dengan permukaan adsorben. Adsorpsi jenis ini diberi istilah sebagai “*absorption*” dan bersifat tidak reversibel hanya membentuk satu lapisan tunggal (monolayer) terjadi di atas temperatur kritis adsorbat sehingga kalor adsorpsi yang dibebaskan tinggi. Adsorben yang mengadsorpsi secara kimia umumnya sulit diregenerasi.

Menurut Maylani, dkk (2015: 19-20), adsorpsi dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti berikut ini:

##### 1. Konsentrasi

Proses adsorpsi sangat sesuai untuk memisahkan bahan dengan konsentrasi yang rendah dari campuran yang mengandung bahan lain dengan konsentrasi tinggi.

##### 2. Luas Permukaan

Proses adsorpsi tergantung pada banyaknya tumbukan yang terjadi antara partikel-partikel adsorbat dan adsorben. Tumbukan selektif antara partikel itu akan meningkat dengan meningkatnya luas permukaan.

### 3. Temperatur

Adsorpsi akan lebih cepat berlangsung pada temperatur tinggi. Namun demikian pengaruh temperatur adsorpsi zat cair tidak sebesar pada adsorpsi gas.

### 4. Ukuran Partikel

Semakin kecil ukuran partikel yang diadsorpsi maka proses adsorpsinya akan berlangsung lebih cepat.

### 5. pH

pH mempunyai pengaruh dalam proses adsorpsi. pH optimum dari suatu proses adsorpsi ditetapkan melalui uji laboratorium.

### 6. Waktu Kontak

Waktu untuk mencapai keadaan setimbang pada proses serapan ion logam oleh adsorben berkisar antara beberapa menit hingga beberapa jam.

Penelitian Kumar, dkk (2014), melaporkan bahwa nanopartikel  $\text{MnO}_2$  dapat digunakan sebagai adsorben untuk menyerap *Malachite Green Dye* yang merupakan pewarna tekstil dan menjadi limbah hasil industri sehingga tidak akan menimbulkan bahaya pada lingkungan sekitarnya. Menurut penelitian tersebut diperoleh hasil sintesis nanopartikel  $\text{MnO}_2$  dengan ukuran berkisar antara 25-40 nm. Hasil SEM menunjukkan pembentukan partikel hampir bulat dan diaglomerasi. Adsorpsi pewarna *Malachite Green Dye* menggunakan nanopartikel  $\text{MnO}_2$  dilakukan dengan berbagai parameter seperti pengaruh dosis adsorben, waktu kontak, konsentrasi awal zat warna dan pH polutan. Hasil merupakan adsorben yang baik untuk menghilangkan *Malachite Green Dye* (Kumar, dkk, 2014: 102).

Studi penghapusan pewarna dan pigmen dari limbah industri dan air limbah dengan proses adsorpsi menggunakan bahan berstruktur nano akhir-akhir ini telah



banyak menarik perhatian untuk. Biasanya pewarna organik dan anorganik dihasilkan oleh secara kimia dan fisik dan diatasi dengan teknik yang berbeda-beda seperti reaksi kimia, elektro-koagulasi, adsorpsi, flokulasi, pertukaran ion, membran filtrasi, elektrokimia dan sebagainya. Di antara semua teknik tersebut, teknik adsorpsi menjadi lebih unggul dibandingkan dengan teknik lain untuk pengolahan air limbah dalam hal dari biaya awal, desain sederhana, kemudahan operasi dan ketidakpekaan terhadap zat-zat beracun (Kumar, dkk, 2014: 102).

Aplikasi nanopartikel sebagai adsorben pada penelitian Ningsih, dkk (2013) yang mensintesis nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan metode elektrokimia digunakan sebagai adsorben ion kadmium(II). Nanopartikel magnetit hasil elektrokimia ini dapat mengadsorpsi 96,37% ion  $\text{Cd}^{2+}$  pada pH 8 selama 30 menit.

#### **D. Logam Kadmium (Cd)**

Logam berat merupakan jenis pencemar yang sangat berbahaya dalam sistem lingkungan hidup karena bersifat tak dapat terbiodegradasi, toksik serta mampu mengalami bioakumulasi dalam rantai makanan. Pencemaran logam berat terhadap lingkungan merupakan suatu proses yang erat hubungannya dengan penggunaan logam tersebut dalam kegiatan manusia dan secara sengaja maupun tidak sengaja membuang limbah yang mengandung logam berat ke lingkungan. Logam-logam tertentu dalam konsentrasi tinggi akan sangat berbahaya bila ditemukan di dalam lingkungan (air, tanah dan udara).

Logam berat dikelompokkan berdasarkan toksisitasnya terhadap lingkungan. Unsur yang termasuk ke dalam logam berat antara lain Fe, Mn, Cu, Zn, Co, Ba, Ag, As, Cd, Cr, Hg, Ni, Pb, Sb dan Se (Ningsih, dkk: 2013: 14). Salah satu contoh logam

berat yang sangat berbahaya adalah logam kadmium. Logam Cd mempunyai penyebaran yang sangat luas di alam (Maylani, dkk, 2015: 3).

Kadmium adalah salah satu unsur logam berat yang bersama-sama dengan unsur Zn dan Hg termasuk pada golongan IIB Sistem Periodik Unsur. Kadmium jarang sekali ditemukan di alam dalam bentuk bebas. Keberadaannya di alam dalam berbagai jenis batuan, tanah, dalam batubara dan minyak (Ningsih, dkk: 2013: 14).

Kadmium termasuk salah satu logam berat yang terkandung dalam limbah industri pelapisan logam. Kadmium dapat menimbulkan ancaman serius di lingkungan karena bersifat non-biodegradabel dan toksik walaupun dalam konsentrasi rendah yaitu 0,0001 mg/L (Feng, dkk, 2010: 487).

Kadmium adalah logam berwarna putih perak, lunak, lentur, tahan terhadap tekanan, mengkilap, tidak larut dalam basa, dan mudah bereaksi. Kadmium umumnya terdapat dalam kombinasi dengan klor (Cd klorida) atau belerang (Cd sulfit). Kadmium memiliki nomer atom 40, berat atom 112,4 g/mol, titik leleh 321 dan titik didih 767 (Widowati, 2008).

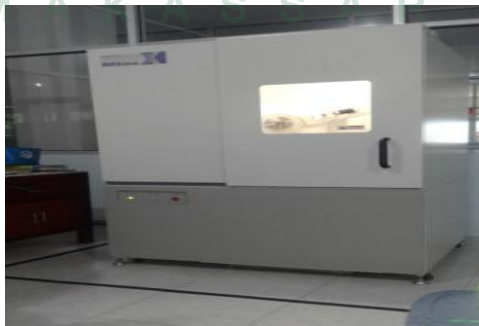
Ion logam kadmium(II) merupakan ion logam berat yang berpotensi sebagai polutan bagi lingkungan perairan sehingga perlu diupayakan untuk menurunkan atau mengurangi kadarnya. Ion  $\text{Cd}^{2+}$  adalah asam lunak sehingga lebih suka berinteraksi dengan basa lunak. Kadmium yang bervalensi dua ( $\text{Cd}^{2+}$ ) merupakan bentuk terlarut stabil dalam lingkungan perairan laut pada pH dibawah 8,0. Kadar Cd di perairan alami berkisar antara 0,29-0,55 ppb dengan rata-rata 0,42 ppb. Dalam lingkungan alami yang bersifat basa, kadmium mengalami hidrolisis, teradsorpsi oleh padatan tersuspensi dan membentuk ikatan kompleks dengan bahan organik. Di perairan alami, Cd membentuk ikatan baik dengan ligan

organik maupun anorganik seperti  $\text{Cd}(\text{OH})$ ,  $\text{CdCl}$ ,  $\text{CdSO}_4$ ,  $\text{CdCO}_3$  dan Cd organik (Ningsih, dkk: 2013: 15).

Kadmium memiliki dampak negatif dalam tubuh manusia yaitu dapat menghambat kerja paru-paru, bahkan mengakibatkan kanker paru-paru, mual, muntah, diare, kram, anemia, kerusakan ginjal dan hati. Berdasarkan Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia No.492/Menkes/Per/2010 ambang batas kandungan kadmium dalam air minum adalah 0,003 mg/L (Palar, 2008).

#### **E. X-Ray Diffraction (Difraksi Sinar-X)**

Difraktometri sinar-X merupakan salah satu metode karakterisasi material yang paling tua dan paling sering digunakan hingga sekarang yang ditemukan pada tahun 1912 oleh Friederich, Knipping dan Von Laue. Teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. Prinsip dasar dari alat ini, yaitu sebuah sinar-X yang terdifraksi seperti sinar yang direfleksikan dari setiap bidang, berturut-turut dibentuk oleh atom-atom kristal dari material tersebut. Dengan berbagai sudut timbul, pola difraksi yang terbentuk menyatakan karakteristik dari sampel (Young dan Freedman, 2004).



**Gambar II.3.** Alat X-Ray Diffraction  
(sumber: [www.sciencebuildingunhas.com](http://www.sciencebuildingunhas.com))

XRD terdiri dari *slit* dan film serta monokromator. Difraktometer sinar-X merupakan instrumen yang digunakan untuk mengidentifikasi cuplikan berupa kristal dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar-X. Hasil yang diperoleh dari ini adalah intensitas relatif ( $I/I_0$ ) dan sudut hamburan ( $2\theta$ ). Hamburan sinar-x berasal dari atom-atom yang membentuk bidang kisi kristal dari cuplikan yang diamati. Metode XRD dalam digunakan untuk mengetahui struktur kristal dan ukuran partikel yang terbentuk. Sudut hamburan yang digunakan yaitu pada  $2\theta=10-70$ . Ada tidaknya pengotor dalam kristal dapat diamati dengan cara membandingkan difraktogram hasil analisis dengan file *Joint Committee on Powder Diffraction Standard* (JCPDS) (Ghozali, 2012: 81).

Penelitian Feng, dkk (2014), pola XRD dari  $MnO_2$  adalah sampel memiliki sejenis struktur kristalografi. Difraksi puncak yang muncul pada  $2\theta=12.7^\circ$ ,  $18.1^\circ$ ,  $28.8^\circ$ ,  $37.5^\circ$ ,  $42.1^\circ$ ,  $49.9^\circ$ ,  $56.2^\circ$  dan  $60.3^\circ$  dan sesuai dengan puncak difraksi (110), (200), (310), (211), (301), (411), (600) dan (521) bidang kristal dari  $\alpha$ - $MnO_2$  data standar JCPDS card PDF file No. 44-0141. Sedangkan menurut penelitian Saridewi (2015), puncak tajam dengan intensitas tinggi terdapat pada sudut  $2\theta=28.21^\circ$  merujuk kepada JCPDS No: 72-1984 maka nilai  $hkl$ nya adalah (110). Hal ini juga didukung oleh puncak-puncak pada sudut  $2\theta=37.39$ ;  $56.59$ ;  $42.73$  dan  $72.36$ . Sesuai dengan data pada JCPDS No: 72-1984, maka produk yang terbentuk adalah *pyrolusite*  $MnO_2$ .

Penentuan ukuran partikel dapat menggunakan metode Debye-Scherrer, yaitu dengan menggunakan persamaan berikut ini (Maylani, dkk, 2015: 25-26).

$$D = \frac{K \lambda}{B \cos \theta} \dots\dots\dots(2.1)$$

Keterangan:

D = Ukuran rata-rata partikel (nm)

$K$  = Konstanta dimensi kristal (untuk dimensi kristal 3D=0,94)

$B$  = Lebar 1/2 puncak pada difraktogram

$\theta$  = Sudut difraksi

$\lambda$  = Panjang gelombang sinar-x ( 0,15418 nm).

Analisis XRD dilakukan untuk mengidentifikasi terkandung dalam produk senyawa yang mengacu pada pola peak standar difraksi sinar X untuk kristal  $\text{MnO}_2$  yang diperoleh (Fajaroh, dkk, 2009: 23). Produk yang telah kering dikarakterisasi dengan XRD untuk analisis kualitatif dan TEM untuk mendapatkan deskripsi morfologi dan ukuran produk.

#### **F. *Transmission Electron Microscopy (TEM)***

Mikroskop elektron mempunyai pembesaran sampai 100 ribu kali, elektron digunakan sebagai pengganti cahaya. Mikroskop elektron mempunyai dua tipe yaitu *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dan *Transmission Electron Microscopy* (TEM). TEM dikembangkan pertama kali oleh Ernst Ruska dan Max Knoll, 2 peneliti dari Jerman pada tahun 1932. Saat itu, Ernst Ruska masih sebagai seorang mahasiswa doctor dan Max Knoll adalah dosen pembimbingnya. Karena hasil penemuan yang mengejutkan dunia tersebut, Ernst Ruska mendapat penghargaan Nobel Fisika pada tahun 1986 (Respati, 2008: 43).



**Gambar II.4.** *Alat Transimission Electron Microscopy*  
(sumber: [www.iinnano.cnpem.br.com](http://www.iinnano.cnpem.br.com))

*Transmission Electron Microscopy* (TEM) merupakan salah satu instrumen yang digunakan untuk menggambarkan sebuah struktur dengan memanfaatkan sinar elektron dengan cara mentransmisikan elektron sehingga dapat menembus spesimen yang sangat tipis dan akan ditangkap oleh sebuah layar yang akan menghasilkan gambar dari struktur material tersebut. Gambar yang dihasilkan tersebut terbentuk karena adanya interaksi antara elektron yang ditransmisikan melewati spesimen, lalu gambar akan membesar dan akan difokuskan pada suatu sensor penangkap, biasanya dengan menggunakan layar flouresent atau dengan suatu sensor seperti kamera CCD Secara mudahnya (Respati, 2008: 43).

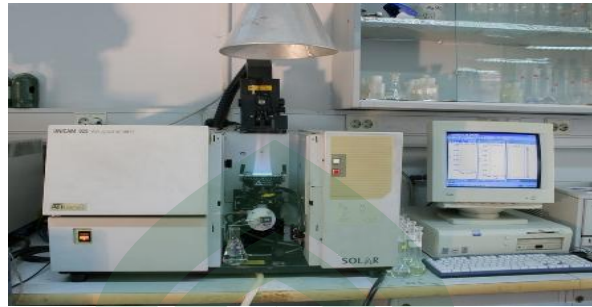
Keunggulan TEM yaitu dapat menghasilkan gambar dengan resolusi yang jauh lebih tinggi dari mikroskop cahaya lainnya. TEM juga dapat mengamati struktur yang sangat kecil berupa sekumpulan atom-atom yang memiliki ukuran seribu kali lebih kecil dari objek yang diamati pada mikroskop cahaya. Pada perbesaran kecil, gambar TEM akan kontras karena absorpsi elektron pada material akibat dari ketebalan dan komposisi material. Pada perbesaran tinggi, maka gambar yang dihasilkan akan menampilkan data yang lebih jelas pada analisa struktur kristal dan lainnya. TEM memiliki fungsi untuk analisis morfologi, struktur kristal, dan komposisi spesimen. Mikroskop elektron transmisi digunakan untuk menandai mikrostruktur bahan dengan resolusi spasial sangat tinggi. Informasi tentang morfologi, struktur dan cacat kristal, fasa kristal dan komposisi, dan mikrostruktur magnet dapat diperoleh oleh kombinasi *electron-optical imaging* (titik 2.5Å resolusi), difraksi elektron, dan kemampuan probe kecil. Trade-off untuk ini beragam informasi struktural dan resolusi tinggi adalah tantangan untuk memproduksi sampel yang sangat tipis untuk transmisi elektron (Tanaka, 2017: 17).

Prinsip TEM didasarkan dengan menembakan elektron ke lapisan tipis sampel, yang selanjutnya informasi tentang komposisi struktur dalam sampel tersebut dapat terdeteksi dari analisis sifat tumbukan, pantulan maupun fase sinar elektron yang menembus lapisan tipis tersebut. Dari sifat pantulan sinar elektron tersebut juga dapat diketahui struktur kristal maupun arah dari struktur kristal tersebut. Hanya perlu diketahui, untuk observasi TEM ini, sampel perlu ditipiskan sampai ketebalan lebih tipis dari 100 nanometer. Prinsip kerja TEM dimulai dari sumber emisi (pistol elektron) yaitu tungsten filament dan sumber lanthanum hexaboride (LaB6). Dengan menghubungkan pistol ini dengan sumber tegangan tinggi (biasanya~100-300 kV) pistol akan mulai memancarkan elektron baik dengan termionik maupun emisi medan elektron ke sistem vakum. ekstraksi ini biasanya dibantu dengan menggunakan silinder Wehnelt. Interaksi elektron dengan medan magnet akan menyebabkan elektron bergerak sesuai dengan aturan tangan kanan, sehingga memungkinkan elektromagnet untuk memanipulasi berkas elektron. Penggunaan medan magnet akan membentuk sebuah lensa magnetik dengan kekuatan fokus variabel yang baik. Selain itu, medan elektrostatik dapat menyebabkan elektron didefleksikan melalui sudut yang konstan. Dua pasang defleksi yang berlawanan arah dengan intermediet akan membentuk arah elektron yang menuju lensa (Respati, 2008: 43).

#### ***G. Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)***

Spektrofotometri adalah suatu instrumen untuk mengukur transmitansi dan absorbansi suatu sampel sebagai fungsi panjang gelombang. Pengukuran terhadap sederetan sampel pada suatu panjang gelombang tunggal dapat pula dilakukan. Instrument semacam itu dapat dikelompokkan secara manual atau merekam sebagai berkas-berkas tunggal biasanya dijalankan secara manual dan instrument

berkas rangkap umumnya mencirikan perekaman otomatis terhadap spektra absorpsi, namun dimungkinkan untuk merekam suatu spektrum dengan instrument berkas-tunggal (Day dan Underwood, 2002: 396).



**Gambar II.5.** *Alat Spektrofotometer Serapan Atom*  
(Sumber: [www.pdrizmir.org](http://www.pdrizmir.org))

Prinsip dasar Spektroskopi serapan atom (SSA) adalah penyerapan energi secara eksklusif oleh atom dalam keadaan dasar berada dalam bentuk gas. Sebuah larutan yang terdiri dari spesi logam tertentu ketika disedot ke dalam nyala api, maka akan berubah menjadi uap sesuai dengan spesi logam. Beberapa atom logam akan naik langsung ke tingkat energi eksitasi sedemikian rupa untuk memancarkan radiasi logam tertentu. Pada titik kritis ini, atom logam dengan energi kuantum yang cukup besar dari unsur tertentu akan tetap berada dalam keadaan dasar dan tidak teremisi. Atom tersebut akan menerima radiasi cahaya yang memiliki panjang gelombang tertentu yang akan diserap dan penterapan yang dihasilkan berbanding lurus dengan kerapatan atom dalam perangkat nyala yang muncul pada saat sampel kontak dengan nyala api (Hamzah, 2013: 88).

Spektroskopi serapan atom (SSA) harus mempersiapkan larutan standar terlebih dahulu dalam bentuk larutan yang sesuai. Jika konsentrasi yang ada dari unsur yang akan ditetapkan terlalu tinggi maka harus diencerkan secara kuantitatif sebelum memulai pengukuran (Basset, dkk., 1994: 966-967).



Menurut Maria (2009: 20-22), komponen-komponen dari spektrofotometer serapan atom yaitu sebagai berikut:

1. Lampu katoda berongga

Suatu sumber cahaya dalam spektrofotometer absorpsi atom, yang dipilih karena garis pancaran unsur katoda lebih sempit daripada garis absorpsi atom padannannya dalam nyala dan tanur. Lampu katoda berbentuk silinder dan elektroda ditaruh dalam selubung kaca borosilikat ataupun kuarsa yang berisi gas lamban (neon dan argon) pada tekanan kira-kira 5 torr.

2. Nyala

Nyala yang digunakan pada SSA harus mampu memberikan suhu  $>2000$  K, untuk mencapai suhu yang tinggi. Biasanya digunakan gas pembakar dalam suatu gas pengoksida (oksidan) seperti misalnya udara dan nitrogen oksida ( $N_2O$ ).

3. Monokromator

Fungsi monokromator adalah untuk memencilkan garis resonansi dari semua garis yang tak diserap yang dipancarkan oleh sumber radiasi. Dalam kebanyakan instrumen komersial digunakan kisi difraksi karena sebaran yang dilakukan oleh kisi lebih seragam daripada yang dilakukan prisma dan akibatnya instrumen kisi dapat memelihara daya bias lebih tinggi sepanjang jangka panjang gelombang yang lebih besar.

4. Detektor

Keluaran dari detektor diumpankan kesuatu sistem peragaan yang sesuai dan dalam hubungan ini hendaknya diingat bahwa radiasi yang diterima oleh detektor berasal tidak hanya dari garis resonansi yang telah diseleksi tetapi dapat juga timbul

dari emisi dalam nyala. Emisi ini dapat disebabkan oleh emisi atom yang timbul dari atom-atom yang sedang diselidiki dan dapat juga dari pita molekul.

#### 5. Amplifier

Amplifier berfungsi untuk memperkuat sinyal yang diterima dari detektor sebelum sampai ke rekorder.

#### 6. Rekorder

Rekorder pada instrumen AAS berfungsi untuk mengubah sinyal yang diterima menjadi bentuk digital, yaitu dalam satuan absorbansi. Isyarat dari rekorder dalam bentuk tenaga listrik akan di ubah oleh rekorder dalam bentuk nilai bacaan serapan atom.

Pengukuran spektrofotometri membutuhkan larutan standar yang akan diperlukan untuk analisis itu harus juga mengandung konsentrasi yang sangat rendah dari unsur-unsur yang relevan. Deret standar yang dipersiapkan harus berasal dari larutan induk yang ideal, artinya terbuat dari logam murni atau oksida logam murni dengan melarutkan dalam larutan asam yang sesuai dan zat padat yang digunakan juga harus memiliki kemurnian yang tinggi (Basset, dkk, 1994).

### **BAB III**

#### **METODE PENELITIAN**

##### **A. Waktu dan Tempat**

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Februari sampai Juli 2017 di laboratorium Kimia Fisika, Kimia Analitik, Kimia Riset Universitas Islam Negeri (UIN) Alauddin Makassar, laboratorium Kimia Fisika Fakultas MIPA, laboratorium XRD & XRF *Science Building* Universitas Hasanuddin (UNHAS) serta Pusat Penelitian Nanoteknologi dan Nanosains (PPNN) Institut Teknologi Bandung (ITB).

##### **B. Alat dan Bahan**

###### **1. Alat Penelitian**

Alat yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah *Transmission Electron Microscopy* (TEM) HT 7700, *X-Ray Diffraction* MAXima 7000 Shimadzu, *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS) Varian AA240FS, *shaker water bath Thermo Scientific* MAXQ 2000, lemari asam merk *ESCO*, oven merk SPNI 505 FD dan merk *kirin*, *Sentrifuge*, *magnetic stirrer*, ultrasonik merk *Elmasonic* 40 H, neraca analitik merk *ohaus*, desikator merk *pyrex*, *hotplate stirrer*, corong *Buchner*, erlenmeyer, labu takar, gelas ukur, pipet volume, pipet skala, gelas kimia, corong, statif dan klem, *flasher* erlenmeyer, batang pengaduk, pipet tetes spatula, botol semprot, selang, bulb, botol cokelat, botol plastik, botol vial dan gunting.

###### **2. Bahan Penelitian**

Bahan yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah akuades *waterone* ( $\text{H}_2\text{O}$ ), aluminium foil, asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) 63% p.a, etanol ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ) 96% p.a, kadmium nitrat tetrahidrat  $[\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$  p.a, kalium

permanganat ( $\text{KMnO}_4$ ) p.a, kertas pH universal, kertas saring *micro* filter, kertas saring *whattman* no. 42, pH meter, natrium hidroksida ( $\text{NaOH}$ ) p.a, *polyetilenglikol* ( $\text{C}_{2n+2}\text{H}_{4n+6}\text{O}_{n+2}$ ) mw 4000 dan tissue.

### C. Prosedur Kerja

#### 1. Pembuatan Nanopartikel Mangan Dioksida ( $\text{MnO}_2$ ) Secara Sonokimia

Menimbang padatan  $\text{KMnO}_4$  sebanyak 0,5 gram lalu melarutkan ke dalam 60 mL akuades. Selanjutnya mengaduk larutan hingga semua padatan larut. Menimbang polietilen glikol mw 4000  $\pm$  5,5 gram dan melarutkan dalam 100 mL akuades lalu menambahkan ke dalam larutan  $\text{KMnO}_4$  kemudian memasukkan bar magnetik ke dalam campuran larutan. Mengaduk larutan menggunakan *hotplate* stirrer hingga homogen selama  $\pm$  5 menit dan larutan berwarna ungu kecoklatan. Memasukkan ke dalam ultrasonik dan disonikasi dengan menggunakan variasi waktu (120 menit, 180 menit dan 240 menit) dan suhu ( 50°C, 65 °C dan 80 °C) secara berpasangan (berturut-turut). Larutan yang hasil sonikasi berubah warna menjadi warna cokelat, menyaring dengan kertas saring *whattman* no. 42 menggunakan pompa vakum hingga filtrat menjadi agak bening lalu mencuci endapan dengan akuades beberapa kali kemudian membilas dengan menggunakan etanol p.a sebanyak tiga kali. Memanaskan endapan dengan oven pada suhu 70 °C selama 8 jam (Raj, dkk, 2014: 1934).

#### 2. Analisis dengan X-Ray Diffraction (XRD)

Analisis ukuran kristal nanopartikel mangan dioksida ( $\text{MnO}_2$ ) dilakukan dengan menyiapkan sampel nanopartikel mangan dioksida yang sudah kering  $\pm$  2 gram. Memasukkan sampel ke dalam *sample holder* berukuran 2x2 cm lalu

mengaitkan *Sample holder* pada lingkaran diffraktometer. Pada komputer mengatur nama sampel, sudut awal, sudut akhir dan kecepatan analisis kemudian di-run.

### **3. Analisis dengan *Transmission Electron Microscopy* (TEM)**

Menyalakan alat TEM dan metakkan sampel nanopartikel  $\text{MnO}_2$  di atas jala-jala listrik (*grid*). Memilih jenis data apa yang diperlukan. Terdapat tiga jenis data yang tersedia yaitu pertama, bentuk, ukuran dan morfologi; kedua, pemeriksaan sampel dan ketiga, pembesaran yang tinggi lalu mengamati. Mencetak gambar sampel yang diharapkan dengan bantuan personal komputer.

### **4. Penentuan Efektivitas Penyerapan Nanopartikel $\text{MnO}_2$ Terhadap Ion Logam Kadmium (Cd)**

#### **a. Pembuatan larutan induk Cd(II) 1000 ppm dari $[\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ sebanyak 1000 mL**

Menimbang padatan  $[\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$  sebanyak 2,7436 gram dan melarutkan dengan akuades. Memasukkan ke dalam labu takar 1000 mL kemudian menghimpitkan sampai tanda batas lalu menghomogenkan.

#### **b. Pembuatan larutan baku Cd(II) 100 ppm dari larutan induk Cd(II) 1000 ppm sebanyak 250 mL**

Memipet sebanyak 25 mL larutan induk Cd(II) 1000 ppm ke dalam labu takar 100 mL. Menambahkan dengan akuades sampai tanda batas lalu menghomogenkan.

#### **c. Pembuatan larutan uji Cd(II) 50 ppm dari larutan baku Cd(II) 100 ppm sebanyak 250 mL**

Memipet 125 mL larutan induk Cd(II) 100 ppm ke dalam labu takar 250 mL lalu menghimpitkan sampai tanda batas menggunakan akuades kemudian menghomogenkan.

**d. Pembuatan deret standar 1, 2, 3, 4 dan 5 ppm dari larutan Cd****(II) 50 ppm sebanyak 100 mL**

Memipet larutan Cd(II) 50 ppm sebanyak 2, 4, 6, 8 dan 10 mL secara berurutan masing-masing ke dalam labu takar 100 mL. Menghimpitkan sampai tanda batas menggunakan akuades lalu menghomogenkan.

**e. Penentuan persentase ion logam kadmium teradsorpsi terhadap variasi pH**

Menyiapkan 5 buah erlenmeyer yang diberi label sesuai variasi pH kemudian memipet 25 mL larutan uji Cd(II) 50 ppm ke dalam masing-masing erlenmeyer lalu mengatur pH pada variasi pH (4, 6, 8, 10 dan 12) menggunakan pH meter dan menambahkan  $\text{HNO}_3$  0,1 M sebagai (pengontrol pH asam) dan NaOH 0,1 M (pengontrol pH basa). Menimbang nanopartikel mangan dioksida sebanyak 0,1 gram lalu memasukkan nanopartikel ke dalam 5 erlenmeyer. Selanjutnya mengaduk campuran dengan *shaker* pada kecepatan 250 rpm selama 30 menit, lalu menyaring larutan dengan kertas saring *whatman* no. 42 untuk memisahkan residu dengan filtrat dan selanjutnya menentukan kadar kadmium filtrat dengan menggunakan *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS) dengan panjang gelombang 228,8 nm.

**f. Penentuan persentase ion logam kadmium teradsorpsi terhadap variasi waktu kontak**

Menyiapkan 5 buah erlenmeyer yang diberi label sesuai waktu kontak kemudian memipet 25 mL larutan uji Cd(II) 50 ppm ke dalam masing-masing erlenmeyer. Mengatur pH masing-masing larutan uji pada pH 4 dengan pH meter dan menambahkan  $\text{HNO}_3$  0,1 M sebagai (pengontrol pH asam) dan NaOH 0,1 M (pengontrol pH basa). Menimbang nanopartikel  $\text{MnO}_2$  sebanyak 0,1 gram lalu memasukkan nanopartikel ke dalam 5 erlenmeyer. Selanjutnya mengaduk campuran

dengan *shaker* pada kecepatan 250 rpm pada variasi kontak (35, 65, 95, 125 dan 155 menit). Menyaring larutan dengan kertas saring *whattman* no. 42 untuk memisahkan residu dengan filtrat selanjutnya menentukan kadar kadmium filtrat menggunakan *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS) dengan panjang gelombang 228,8 nm.



## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### **A. Hasil Penelitian**

Penelitian ini dilakukan secara bertahap yang diawali dengan sintesis nanopartikel mangan dioksida ( $\text{MnO}_2$ ) secara sonokimia, karakterisasi nanopartikel  $\text{MnO}_2$  dan penentuan efektivitas penyerapan nanopartikel  $\text{MnO}_2$  terhadap ion logam kadmium ( $\text{Cd}$ ). Hasil penelitian yang diperoleh adalah sebagai berikut:

##### **1. Sintesis Nanopartikel Mangan Dioksida ( $\text{MnO}_2$ ) Secara Sonokimia**

Sintesis nanopartikel sebelumnya menghasilkan  $\text{MnO}_2$  dengan bentuk kristal yang polimorf sehingga untuk mendapatkan nanopartikel dengan bentuk dan ukuran berbeda maka dilakukan variasi waktu dan suhu sonikasi.

##### **a. Pengaruh Suhu dan Waktu Sintesis Secara Sonokimia Terhadap Nanopartikel Mangan Dioksida ( $\text{MnO}_2$ ) dengan Analisis XRD**

**Tabel IV.1.** Pengaruh waktu dan suhu terhadap nanopartikel mangan dioksida pada hasil XRD

<b>Waktu Sonikasi (menit)</b>	<b>Suhu (°C)</b>	<b>Ukuran Partikel (nm)</b>	<b>Warna</b>
120	50	13,64	Cokelat
180	65	11,84	Cokelat kehitaman
240	80	-	Cokelat kehitaman

Pada tabel IV.1 di atas menunjukkan pengaruh waktu dan suhu, seiring meningkatnya waktu dan suhu, ukuran nanopartikel semakin kecil dengan perubahan warna dari cokelat menjadi cokelat kehitaman. Selain itu dapat dilihat jenis mineral yang terdapat pada kristal berupa mineral *pyrolusit* ( $\beta\text{-MnO}_2$ ) dengan bentuk kisi kristal tertragonal. Hasil ini berdasarkan pada difraktogram XRD pada Lampiran 3.



### b. Karakteristik Nanopartikel $\text{MnO}_2$ dengan *Transmission Electron Mycroscopy*

**Tabel IV.2.** Hasil analisis TEM nanopartikel mangan dioksida waktu 180 menit dan suhu  $65^\circ\text{C}$

Ukuran (nm)	Bentuk Permukaan	Perbesaran (kali)
200	Bulat	80.000
100	tidak jelas	100.000
50	tidak jelas	200.000
20	bulat	400.000

Tabel IV.2 di atas menunjukkan bentuk morfologi, ukuran serta kondisi nanopartikel yang masih teraglomerasi pada rentang 20 nm sampai 200 nm. Gambar hasil analisa TEM dapat dilihat pada Lampiran 6.

### 2. Penentuan Efektivitas Penyerapan Nanopartikel $\text{MnO}_2$ Terhadap Ion Logam Kadmium (Cd)

Penyerapan nanopartikel  $\text{MnO}_2$  terhadap ion logam Cd (II) dilakukan menggunakan variasi pH dan waktu kontak sehingga dapat diketahui kondisi paling efektif nanopartikel tersebut dalam menyerap ion logam Cd(II).

#### a. Persentase penyerapan ion logam Cd terhadap variasi pH

**Tabel IV.3.** Adsorptivitas nanopartikel mangan dioksida terhadap logam kadmium (Cd) pada variasi pH

pH	Konsentrasi (mg/L)			Kapasitas adsorpsi (mg/g)	Efisiensi penyerapan (%)
	[Cd] awal	[Cd] sisa	[Cd] teradsorpsi		
4	50	0,6421	49,5379	12,3394	99,07
6	50	1,9629	48,0371	12,0092	96,07
8	50	2,3317	47,6683	11,9170	95,33
10	50	3,6676	46,3324	11,5831	92,66
12	50	3,1682	46,8318	11,7079	93,66

Tabel IV.3 diatas menunjukkan persentase adsorpsi nanopartikel mangan dioksida terhadap ion logam kadmium menggunakan variasi pH yang mampu mengadsorpsi ion logam Cd dengan tingkat efisiensi tertinggi 99.07% pada kondisi pH asam yaitu 4 dengan bobot adsorben 0,1 gram dalam 25 mL larutan uji 50 ppm.

#### b. Persentase penyerapan ion logam Cd terhadap variasi waktu kontak

**Tabel IV.4.** Adsorptivitas nanopartikel mangan dioksida terhadap logam kadmium (Cd) pada variasi waktu kontak

Waktu kontak (menit)	Konsentrasi (mg/L)			Kapasitas adsorpsi (mg/g)	Efisiensi penyerapan (%)
	[Cd] awal	[Cd] sisa	[Cd] teradsorpsi		
35	50	4,0273	45,9727	11,4931	91,94
65	50	0,6397	49,3603	12,3400	98,72
95	50	3,3797	46,6203	11,6550	93,23
125	50	4,1998	45,8002	11,4500	91,60
155	50	4,3462	45,6538	11,4134	91,30

Tabel IV.4 menunjukkan bahwa nanopartikel mangan dioksida yang disintesis dengan variasi waktu kontak mampu mengadsorpsi ion logam Cd dengan persentase penyerapan tertinggi terdapat pada waktu kontak 65 menit yaitu 98.72% dengan konsentrasi larutan uji 50 ppm sebanyak 25 mL dengan bobot nanopartikel 0,1 gram.

### B. Pembahasan

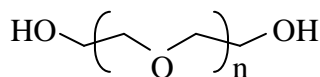
#### 1. Sintesis Nanopartikel Mangan Dioksida ( $\text{MnO}_2$ ) Secara Sonokimia

Sintesis nanopartikel mangan dioksida dengan menggunakan metode sonokimia memanfaatkan gelombang suara sebagai sumber energi. Gelombang suara ditembakkan ke dalam larutan untuk menghasilkan gelembung kavitasi yang dapat membuat partikel memiliki diameter dalam skala nano. Gelombang suara bila berada

di dalam medium cair akan menimbulkan efek kavitasi selama terjadinya kavitasi akan terjadi ketidakstabilan gelembung yaitu pecahnya gelembung menjadi partikel berukuran nano (Bahanan, 2010: 33). Metode sonokimia secara luas digunakan untuk menghasilkan material dengan ukuran lebih kecil dan luas permukaan yang tinggi.

Sintesis nanopartikel mangan dioksida secara sonokimia membutuhkan prekursor  $\text{KMnO}_4$ . Pemilihan  $\text{KMnO}_4$  sebagai prekursor karena jika dibandingkan dengan bahan lain seperti mangan garam (klorida, nitrit, karbonat dan sulfat),  $\text{KMnO}_4$  lebih efektif dan fleksibel untuk mendapatkan berbagai oksida mangan struktur nano. Konsentrasi  $\text{KMnO}_4$  dapat mempengaruhi jenis nanopartikel yang dihasilkan, jika konsentrasinya tinggi maka akan menghasilkan mangan dioksida dengan struktur berlapis (*buserite*) sedangkan dalam konsentrasi rendah akan menghasilkan  $\text{MnO}_2$  dengan struktur berongga (*pyrolusite*, *hollandite* dan *todorokite*). Proses pengerjaannya pun harus diruangan yang gelap tanpa cahaya langsung karena  $\text{KMnO}_4$  memiliki sifat sangat mudah teroksidasi oleh cahaya.

Selain prekursor, bahan tambahan lain yaitu Polietilen Glikol ( $\text{C}_{2n+2}\text{H}_{4n+6}\text{O}_{n+2}$ ) adalah surfaktan atau penstabil yang ditambahkan untuk membentuk dan mengontrol ukuran dan struktur pori. PEG yang sering digunakan adalah PEG mw 4000 karena memiliki sifat yang stabil, mudah bercampur dengan komponen lainnya, tidak beracun dan tidak iritatif (Delmifiana dan Astuti, 2013: 186).



**Gambar IV.1.** Struktur *polyetilenglycol*

Penambahan PEG pada larutan  $\text{KMnO}_4$  berfungsi sebagai *template* yang tidak ikut bereaksi melainkan untuk melindungi permukaan  $\text{KMnO}_4$ .  $\text{KMnO}_4$  yang ditambahkan PEG yang telah dilelehkan dan berwarna bening. Campuran  $\text{KMnO}_4$

dan PEG distirrer, fungsinya agar larutan tercampur homogen. Larutan hasil stirrer tetap berwarna ungu menandakan antara  $\text{KMnO}_4$  dengan PEG tidak bereaksi karena tidak terjadi perubahan warna. Sonikasi berlangsung dengan posisi wadah sampel harus tergenang agar energi ultrasonik dapat masuk ke sampel karena air merupakan penghantar energi terhadap sampel.

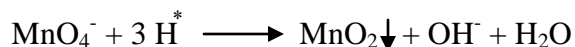
$\text{MnO}_2$  dapat dihasilkan pada proses sonikasi dimana  $\text{MnO}_4^-$  (dari  $\text{KMnO}_4$ ) direduksi oleh atom H radikal dari  $\text{H}_2\text{O}$  seperti pada penelitian Abulizi, dkk (2014) bahwa  $\text{H}_2\text{O}$  terlebih dahulu mengalami reaksi termolisis yang berlangsung secara homolitik sebagai akibat efek kavitasi gelembung pada suhu yang sangat tinggi mencapai 5000 K pada proses sonikasi yang dapat membuat  $\text{H}_2\text{O}$  menjadi radikal-radikalnya.



Ketika atom H dan OH dalam bentuk radikal, maka akan memiliki reaktivitas yang tinggi, beberapa diantaranya bergabung kembali untuk membentuk  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{H}_2$  dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  seperti pada reaksi berikut:



Atom  $\text{H}^*$  dan molekul  $\text{H}_2$  yang banyak digunakan untuk mereduksi ion logam. Ketika  $\text{MnO}_4^-$  bertindak sebagai penerima atom H maka reaksinya sebagai berikut:



Hasil reduksi  $\text{MnO}_4^-$  dengan atom  $\text{H}^*$  membuktikan terbentuknya endapan  $\text{MnO}_2$  berwarna coklat dengan molekul  $\text{H}_2\text{O}$  dan ion  $\text{OH}^-$  sebagai produk samping. Hasil sintesis dipisahkan menggunakan alat pompa vakum agar dapat mempercepat

proses penyaringan. Penyaringan dilakukan berulang-ulang sampai filtrat berwarna bening yang menandakan tidak ada nanopartikel  $\text{MnO}_2$  yang lolos ke filtrat. Mengingat kalium permanganat berwarna ungu dan setelah proses sonikasi berubah menjadi warna cokelat berarti menandakan telah terjadi reaksi antara  $\text{KMnO}_4$  dengan  $\text{H}_2\text{O}$  yang berlangsung pada proses sonikasi. Namun pada produk akhir  $\text{H}_2\text{O}$  diindikasikan terpisah dengan  $\text{MnO}_2$  pada proses penyaringan yang ditandai dengan filtrat warna bening seperti  $\text{H}_2\text{O}$ . Endapan dibilas menggunakan aquades beberapa kali untuk menghilangkan pengotor ataupun ion-ion filtrat berupa ion  $\text{OH}^-$  yang terjebak di endapan serta menetralkan endapan karena aquades bersifat netral. Proses dilanjutkan dengan pembilasan menggunakan etanol. Etanol digunakan karena PEG dan etanol memiliki kepolaran yang sama yaitu bersifat polar sehingga etanol mampu melarutkan PEG sesuai dengan prinsip *like dissolved like*. Proses dilanjutkan dengan pengeringan endapan hasil sintesis dilakukan dengan mengoven pada suhu  $70^\circ\text{C}$  selama 8 jam untuk mengeringkan sehingga didapatkan serbuk nanopartikel  $\text{MnO}_2$ .

#### **a. Pengaruh Suhu Dan Waktu Sintesis Secara Sonokimia Terhadap Nanopartikel Mangan Dioksida ( $\text{MnO}_2$ )**

Metode sonokimia untuk mensintesis nanopartikel  $\text{MnO}_2$  dengan bervariasi waktu sonikasi (120 menit, 180 menit dan 240 menit) dan suhu sonikasi ( $50^\circ\text{C}$ ,  $65^\circ\text{C}$  dan  $80^\circ\text{C}$ ) untuk mengetahui waktu dan suhu sonikasi yang optimum. Variasi waktu dan suhu mempengaruhi ukuran partikel partikel yang dihasilkan seperti pada tabel IV.1. Pada waktu 120 menit dengan suhu  $50^\circ\text{C}$  diperoleh ukuran partikel sebesar 13.64 nm berwarna cokelat. Waktu 180 menit dengan suhu  $65^\circ\text{C}$  diperoleh ukuran partikel sebesar 11.84 nm dengan warna cokelat kehitaman. Hal ini sesuai dengan teori (Ahmed, 2016: 417) yang menghasilkan

analisa fisik nanopartikel  $\text{MnO}_2$  memiliki wujud kristal berwarna coklat kehitaman. Hal ini juga sesuai dengan penelitian Firnando dan Astuti (2015), yang mendapatkan nanopartikel berukuran 25 nm pada suhu  $65^\circ\text{C}$ . Waktu 240 menit dengan suhu  $80^\circ\text{C}$  dengan warna coklat kehitaman tidak dapat dihitung ukuran partikelnya karena tidak terbaca pada olah data *XRD Match*.

Berdasarkan penelitian Delmifiana dan Astuti (2013), waktu sonikasi mempengaruhi ukuran partikel, semakin lama waktu sonikasi ukuran partikel cenderung lebih homogen dan mengecil sama halnya dengan suhu sonikasi semakin tinggi suhunya maka ukuran partikel semakin mengecil. Nanopartikel yang disintesis pada waktu 180 menit dan suhu  $65^\circ\text{C}$  merupakan standarisasi nano yang baik dilanjutkan untuk proses pengaplikasian karena ukuran nanopartikel yang semakin kecil dapat membuat luas permukaan semakin besar sehingga dapat meningkatkan reaktivitas kimia dan meningkatkan sifat kekuatan magnet. Reaktivitas material ditentukan oleh atom-atom dipermukaan karena atom-atom tersebut yang berinteraksi dengan material lainnya (Pauzan, Muh, dkk, 2013: 24).

## **2. Karakteristik Nanopartikel Mangan Dioksida**

### **a. Hasil Analisis XRD**

Produk hasil sintesis berupa serbuk berwarna coklat kehitaman dianalisis menggunakan alat X-Ray Diffraction *X-Ray Diffraction*. Hasil dari analisis berupa pola-pola difraksi partikel yang akan di sesuaikan dengan pola difraksi pada *database Joint Committee on Powder Diffraction Standard* (JCPDS). Hasil analisis nanopartikel  $\text{MnO}_2$  menggunakan XRD dapat dilihat difraktogram pada Lampiran 4. Berdasarkan data intensitas dan posisi puncak difraksi yang dihasilkan oleh

difraktometer sinar-X kemudian dibandingkan dengan JCPDS sehingga dapat diidentifikasi jenis materialnya dan indeks Miller (hkl) pada masing-masing puncak.

Hasil analisis XRD menunjukkan pola difraksi yang diperoleh sesuai dengan pola difraksi  $\text{MnO}_2$  pada JCPDS No. 96-900-9082 pada Lampiran 6. Munculnya  $\text{MnO}_2$  mengindikasikan bahwa pada proses sintesis yang dilakukan terjadi proses reduksi  $\text{KMnO}_4$ . Berdasarkan hasil tersebut terdapat kisi tetragonal untuk mineral *pyrolusit*.

Difraktogram pada waktu 120 menit dan suhu  $50^\circ\text{C}$  menunjukkan adanya puncak-puncak difraksi pada  $2\theta$  yaitu  $10.50^\circ$  sampai  $79.21^\circ$ . Puncak yang tajam dengan intensitas yang tinggi terdapat pada  $2\theta$  dengan sudut  $36.62^\circ$  dengan indeks Miller 101 dengan bentuk kristalin tetragonal. Hal ini diperkuat dengan munculnya puncak-puncak pendukung sudut  $2\theta$  pada  $35.44^\circ$  dan  $37.64^\circ$  dengan indeks Miller 101 yang sesuai dengan pola difraksi  $\text{MnO}_2$  maka produk yang terbentuk adalah *pyrolusite* ( $\beta\text{-MnO}_2$ ) dengan partikel berbentuk amorf. Hasil tersebut mendekati penelitian Raj, dkk (2014) yang mensintesis  $\text{MnO}_2$  secara sonokimia menghasilkan puncak difraksi sudut  $2\theta$  pada  $36.2^\circ$ .

Difraktogram pada waktu 180 menit dan suhu  $65^\circ\text{C}$  menunjukkan adanya puncak-puncak difraksi pada  $2\theta$  yaitu  $20.49^\circ$  sampai  $79.64^\circ$ . Puncak yang tajam dengan intensitas yang tinggi terdapat pada  $2\theta$  dengan sudut  $36.94^\circ$  dengan indeks Miller 101 dengan bentuk kristalin tetragonal. Hal ini mendekati penelitian Saridewi (2014) yang menghasilkan puncak difraksi pada sudut  $2\theta = 37.43$ . Kemunculan peak pada puncak-puncak pendukung yaitu sudut  $36.36^\circ$  dan  $65.76^\circ$  dengan indeks Miller 101 dan 002 yang sesuai dengan pola difraksi  $\text{MnO}_2$ , maka produk yang terbentuk adalah *pyrolusite* ( $\beta\text{-MnO}_2$ ) dengan partikel berbentuk amorf.

Difraktogram pada waktu 240 menit dan suhu 80°C menunjukkan adanya puncak-puncak difraksi  $\text{MnO}_2$  yang akan tetapi tidak terbaca oleh software *Match*, namun jika dibandingkan hasil difraktogram dengan waktu 120 menit dan suhu 50°C serta waktu 180 menit dan suhu 65°C menunjukkan letak peak tidak jauh berbeda disekitaran sudut  $2\theta$  pada 28.75°, 37.41° dan 56.75°, berarti hal tersebut menandakan bahwa senyawa  $\text{MnO}_2$  pada dasarnya terbentuk yang ditandai pada peak-peak yang kemunculannya sama pada waktu dan suhu sebelumnya namun intensitasnya sangat rendah sehingga tidak dapat ditentukan ukuran partikelnya.

Hasil analisis dengan *X-Ray Diffraction* juga dapat menentukan ukuran diameter partikel dengan material mangan oksida yang dihasilkan dapat ditentukan dengan menggunakan formula scherrer seperti pada Lampiran 4 dan Lampiran 5. Formula ini menggunakan nilai FWHM (*Full Width at Half Maximum*) merupakan data yang diperoleh dari data XRD. Hasil perhitungan diperoleh ukuran diameter partikel rata-rata pada waktu 120 menit dan suhu 50 °C yaitu 13.64 nm. Pada waktu 180 menit dan suhu 65°C diameternya mengecil ukurannya menjadi 11.84 nm. Namun, pada waktu 240 menit dan suhu 80°C tidak memiliki FWHM baik pada instrumen atau *Match* sehingga diperkirakan pada waktu dan suhu tersebut diameter nanopartikel  $\text{MnO}_2$  sangat kecil. Hasil tersebut sesuai dengan penelitian Firnando dan Astuti (2015) bahwa kenaikan waktu dan suhu mempengaruhi ukuran diameter partikel yang dihasilkan yaitu diameter mengecil seiring meningkatnya waktu dan suhu. Hal ini menunjukkan bahwa nanopartikel yang disintesis secara sonokimia memiliki batasan energi, ketika batasan energi ini dilewati maka efektivitas reaksi kimia menjadi berkurang sehingga pembentukan kristal sangat lambat. Dari variasi yang diberikan, terlihat bahwa kristalinitas yang agak tinggi dihasilkan pada waktu



180 menit, suhu 65 °C dengan ukuran kristal mencapai 11.84 nm dalam bentuk mineral  $\beta$ - $\text{MnO}_2$  (*pyrolusite*) yang amorf. Ultrasonik yang digunakan memiliki frekuensi tergolong rendah sehingga menyebabkan pertumbuhan kristal pun lambat dan kristal menjadi amorf akibat terjadinya oksidasi pada ion-ion metal yang terdapat pada oksida logam mangan.

#### **b. Hasil Analisis TEM**

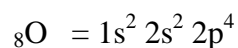
Analisis TEM dilakukan untuk mengetahui morfologi dan struktur partikel secara jelas dengan resolusi yang tinggi pada perbesaran tinggi, maka gambar yang dihasilkan akan menampilkan data yang lebih jelas pada analisa struktur kristal. Hasil analisa TEM dapat dilihat pada Lampiran 7.

Serbuk  $\text{MnO}_2$  yang disintesis pada waktu 180 menit dan suhu 65 °C dilanjutkan pada analisa TEM untuk mengetahui morfologi dan distribusi sampel serta keseragaman (homogenitas) ukuran butir sampel. Ukuran partikel tidak merata dengan perbedaan yang jauh antara ukuran satu dengan yang lain. Distribusi ukuran partikel terdapat pada rentang 20 nm sampai dengan 200 nm. Pada pembesaran 80.000 kali butiran-butiran halus tidak seragam dengan rentang 200 nm dan masih teraglomerasi. Hal ini ditunjukkan pada gambar yang masih terlihat bayangan hitam yang tidak merata. Selain itu, kisi antar partikel  $\text{MnO}_2$  belum terlihat jelas karena adanya indikasi bahwa masih terdapat senyawa lain pada sampel yang dianalisis. Skala 100 nm dengan pembesaran 100.000 kali memiliki bentuk tidak jelas dan masih teraglomerasi. Namun, pada 200.000 kali masih terlihat permukaan partikel tidak merata pada ukuran 50 nm. Sedangkan distribusi ukuran partikel paling banyak terdapat pada rentang 20 nm dengan perbesaran 400.000 kali terlihat dengan jelas morfologi berbentuk bola yang tidak merata berarti masih terjadi penggumpalan. Hal

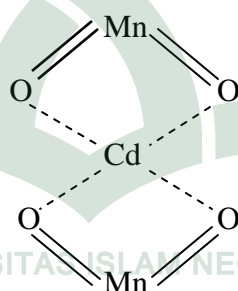
tersebut disebabkan karena gelombang kejut pada proses sonikasi tidak dapat memisahkan penggumpalan partikel karena frekuensi dari alat ultrasonik rendah. Hasil TEM yang diperoleh untuk ukuran 20 nm mendekati penelitian Firnando dan Astuti (2013) yang menghasilkan nanopartikel dengan ukuran partikel berkisar antara 25-200 nm dengan suhu sonikasi 65°C. Bentuk kisi kristal pada hasil TEM tidak terlihat jelas tetapi hanya berupa bulatan-bulatan kecil yang terdistribusi tidak merata dan jika disesuaikan dengan bentuk tetragonal pada hasil XRD maka hasil tersebut sesuai dengan penelitian Viscarini, dkk (2014), yang menghasilkan  $\beta$ -MnO<sub>2</sub> memiliki struktur kristal tetragonal yang tidak beraglomerasi dan cenderung berbentuk bulat dengan tidak beraturan. Untuk mengurangi kemungkinan terjadinya penggumpalan pada proses sonikasi juga diperlukan waktu yang lama karena semakin lama waktu sonikasi ukuran partikel cenderung lebih homogen dan mengecil yang akhirnya menuju ukuran nanopartikel yang stabil serta penggumpalan pun menjadi berkurang (Delmifiana dan Astuti, 2013: 187).

### **3. Penentuan Efektivitas Penyerapan Nanopartikel MnO<sub>2</sub> Terhadap Ion Logam Kadmium (Cd)**

Nanopartikel mangan dioksida hasil sintesis dilanjutkan pada penentuan efektivitas terhadap logam Cd(II) sebagai bentuk aplikasinya. Berdasarkan penelitian Ningsih, (2015), kristalin oksida mangan merupakan material yang mempunyai sifat yang dapat mengadsorpsi molekul (*molecule adsorptive*) dan sebagai penukar kation (*cation-exchange*) yang baik. Mangan bersifat paramagnetik artinya dapat ditarik oleh medan magnet. Keelektronegatifan atom O (3.5) lebih besar dibandingkan atom Mn (1.5), sehingga kemampuannya untuk menarik elektron-elektron lebih besar dibandingkan atom Mn, seperti pada konfigurasi elektron berikut ini.



Unsur mangan (Mn) melepaskan 2e untuk mencapai kestabilan sehingga menjadi  $\text{Mn}^{2+}$  dan atom oksigen (O) memiliki nomor atom 8 maka memiliki 6 elektron valensi (dari konfigurasi elektronnya) maka jika atom oksigen menerima 2 buah elektron dari atom lain maka bilangan oksidasinya -2 sehingga O dari  $\text{MnO}_2$  bermuatan negatif bertindak sebagai situs aktif pada permukaan yang dapat mengadsorpsi ion logam Cd yang bermuatan positif. Sedangkan kadmium (Cd) pada umumnya memiliki tingkat oksidasi +2 dalam sebagian besar senyawa sehingga proses terikatnya logam Cd pada O digambarkan pada reaksi berikut:



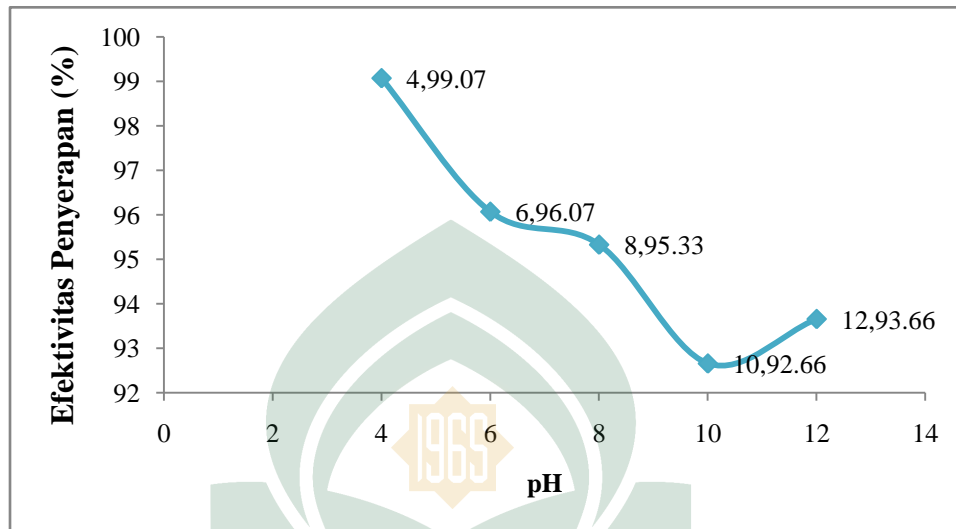
**Gambar IV.2.** Reaksi pengikatan Ion Cd(II) oleh  $\text{MnO}_2$

Uji efektivitas ini dilakukan dengan menggunakan bobot adsorben sebesar 0,1 gram dalam 25 mL larutan uji konsentrasi 50 ppm berdasarkan penelitian Ningsih, dkk (2015), dengan variasi pH dan waktu kontak penyerapan tertinggi akan tercapai pada pH dan waktu kontak tertentu.

#### **a. Persentase Penyerapan Ion Logam Cd Terhadap Variasi pH**

Nanopartikel  $\text{MnO}_2$  yang dihasilkan pada proses sintesis secara sonokimia digunakan sebagai adsorben yang mampu menyerap logam. Penentuan batas kemampuan nanopartikel  $\text{MnO}_2$  dalam menyerap ion logam Cd dapat diketahui

dengan melakukan variasi pH. Berikut ini grafik adsorpsi ion logam Cd(II) oleh nanopartikel  $\text{MnO}_2$  pada variasi pH 4, 6, 8, 10 dan 12.



**Gambar IV.3.** Hubungan antara efektivitas penyerapan dan pH

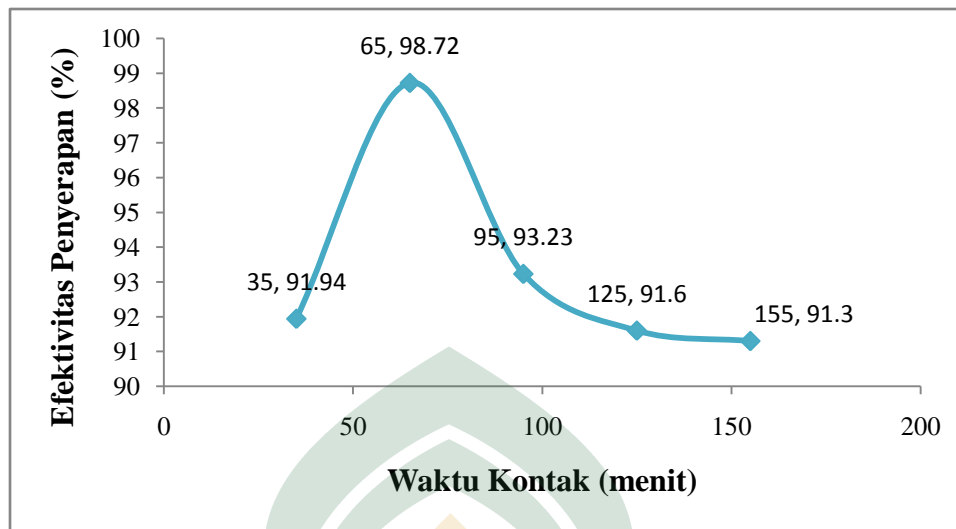
Berdasarkan gambar IV.3 terlihat bahwa pada pH 4 diperoleh efektivitas penyerapan tertinggi sebesar 99,07%. Efektivitas adsorpsi pada variasi pH didasarkan pada konsep protonasi dan deprotonasi. Pada kondisi asam akan membentuk protonasi, ion  $\text{H}^+$  gugus-gugus yang terdapat dalam adsorben akan mengalami protonasi dan memiliki muatan positif yang sangat reaktif terhadap spesi logam dalam bentuk anion dan akibat hadirnya ion  $\text{OH}^-$  gugus-gugus pada adsorben mengalami deprotonasi dan memiliki muatan negatif yang sangat reaktif terhadap spesi logam dalam bentuk kation (Nurafriyanti, dkk, 2017: 56). Kondisi larutan pH asam menjadi kondisi yang baik dalam proses adsorpsi seperti pada gambar IV.2 karena pada nanopartikel yang dihasilkan bersifat basa yang ditandai dengan adanya  $\text{OH}^-$  pada hasil reaksi reduksi  $\text{MnO}_4^-$  menjadi  $\text{MnO}_2$ . Akibat hadirnya ion  $\text{OH}^-$  muatan negatif maka gugus-gugus pada adsorben mengalami deprotonasi dan akan mengikat logam Cd(II). Sementara efektivitas terendah terdapat pada pH 10,

penyebab hal tersebut salah satunya yaitu karena pada kondisi basa ion logam Cd(II) dapat membentuk endapan hidroksida  $\text{Cd}(\text{OH})_2$  menyebabkan proses adsorpsi terhambat karena interaksi ion Cd(II) dengan O pada  $\text{MnO}_2$  menjadi lemah sehingga ion Cd(II) yang dapat teradsorpsi menjadi sedikit (Nurhasni, dkk, 2016: 314).

Saat pH dinaikkan menuju kondisi basa terjadi penurunan penyerapan adsorben yaitu pada pH 6 sampai pH 10 terjadi penurunan efektivitas penyerapan secara perlahan masing-masing sebesar 96,07%, 95,33% dan 92,66%. Hal ini disebabkan karena terjadi persaingan antara ion Cd(II) dan ion  $\text{H}^+$  dari  $\text{HNO}_3$  dalam memperebutkan tempat pada situs aktif dipermukaan adsorben. Sedangkan pada pH netral efisiensi penyerapan cenderung menurun karena pada pH netral ion logam dapat mengalami reaksi hidrolisis dalam larutan sehingga tidak stabil dan menurunkan kemampuan adsorben dalam menyerap ion Cd(II). Hal tersebut sesuai dengan penelitian Ningsih, dkk (2015) bahwa pada  $\text{pH} > 8$  mengalami penurunan persentase perlahan karena konsentrasi  $\text{OH}^-$  dari NaOH yang berlebih menyebabkan Cd(II) terendapkan sebagai hidroksinya. Kenaikan kembali terjadi pada pH 12 karena pada pH tersebut ion  $\text{OH}^-$  mulai terbentuk sehingga permukaan nanopartikel mangan dioksida dikelilingi oleh muatan negatif dan terjadi tarik-menarik dengan adsorbat bermuatan positif sehingga meningkatkan penyerapan ion Cd(II).

#### **b. Persentase Penyerapan Ion Logam Cd Terhadap Variasi Waktu Kontak**

Penentuan efektivitas penyerapan dengan variasi waktu kontak dilakukan pada pH 4 karena pada efektivitas tertinggi terdapat pada pH tersebut. Waktu kontak yang digunakan yaitu 35, 65, 95, 125 dan 155 menit. Tujuan variasi waktu kontak adalah untuk mengetahui batas kemampuan nanopartikel  $\text{MnO}_2$  dalam mengadsorpsi ion logam Cd(II) dapat dilihat pada Gambar IV.4 berikut:



**Gambar IV.4.** Hubungan antara efektivitas penyerapan dengan waktu kontak

Berdasarkan gambar IV.4 yang menunjukkan bahwa pada waktu kontak 35 menit sampai 65 menit terjadi peningkatan persen teradsorpsi secara signifikan. Kenaikan signifikan dari waktu kontak 35 menit sampai 65 menit disebabkan karena belum terjadi kesetimbangan adsorpsi antara ion logam Cd(II) yang diserap oleh adsorben, sebagai akibat belum tercapainya kesetimbangan nanopartikel MnO<sub>2</sub> masih memiliki banyak sisi aktif yang belum seluruhnya mengikat Cd(II) secara maksimal (Setyawan, dkk, 2013: 206).

Kondisi optimum ini tidak lepas dari pengaruh konsentrasi larutan uji, dimana peningkatan konsentrasi akan meningkatkan ion-ion terlarut seperti pada penelitian (Setyawan, dkk, 2013: 206). Waktu kontak 65 menit merupakan waktu kontak optimum dengan persentase sebesar 98,7%. Dikatakan optimum karena pada waktu tersebut telah tercapai kesetimbangan adsorpsi antara ion logam Cd(II) yang diserap oleh adsorben dengan jumlah ion Cd(II) yang tersisa dalam larutan.

Waktu kontak 65 menit sampai 155 menit dengan efektivitas penyerapan masing-masing sebesar 93,23%, 91,60% dan 90,30%. pada waktu kontak tersebut

jumlah ion logam Cd(II) teradsorpsi mengalami penurunan karena ikatan antar gugus yang terdapat dalam adsorben logam semakin melemah dan akhirnya terjadi desorpsi atau lepas kembali ke dalam larutan, sehingga hanya gugus yang berikatan kuat dengan adsorben saja yang masih dapat berikatan. Semakin lama waktu adsorpsi maka frekuensi tumbukan diantara partikel adsorbat dengan adsorben semakin besar pula (Setyawan, dkk, 2013: 206).

Penurunan adsorpsi yang terjadi pada menit ke 65 sampai menit 155 diindikasikan karena waktu kontak yang lama dapat membuat larutan sampel menjadi jenuh karena adsorben dan adsorbat sudah mencapai kesetimbangan. Selain itu waktu kontak juga dapat menurunkan reaktivitas ion. Pada keadaan ini interaksi antara ion logam Cd dan  $\text{MnO}_2$  akan menurun menyebabkan terlepasnya ion logam Cd.

Allah berfirman dalam surah Al-Baqarah 2/19 berbunyi:

أَوْ كَصَيْبٍ مِّنَ السَّمَاءِ فِيهِ ظُلُمَاتٌ وَرَعْدٌ وَبَرْقٌ يَّجْعَلُونَ أَصْصِعُهُمْ فِي آذَانِهِمْ مِّنَ الصَّوَاعِقِ حَذَرَ الْمَوْتِ ۚ وَاللَّهُ مُحِيطٌ بِالْكَافِرِينَ ﴿١٩﴾

Terjemahnya:

“Atau seperti (orang-orang yang ditimpa) hujan lebat dari langit disertai kegelapan, petir dan kilat. Mereka menyumbat telinga dengan jari-jarinya, karena (mendengar suara) petir itu karena takut mati, dan Allah meliputi orang-orang yang kafir” (Kementerian Agama RI, 2016: 4).

Atau keadaan mereka yang penuh kebimbangan, kepedihan yang menimpa dan ketidaktahuan mereka akan manfaat dan bahaya, bagaikan keadaan orang-orang yang ditimpa hujan, kilat dan halilintar. Mereka meletakkan ujung jari di telinga agar tidak mendengar suara halilintar sebab mereka takut akan mati dan mengira bahwa dengan berbuat demikian mereka akan terhindar dari kematian. Kadangkala pikiran mereka tidak melihat apa yang ada dibalik hujan lebat itu, yaitu unsur yang membawa

kehidupan di atas bumi. Pengetahuan dan kekuasaan Allah meliputi orang-orang kafir (Shihab, 2009: 27). Ayat tersebut menggambarkan tentang suara petir yang kuat sehingga orang akan menutup telinga dengan jarinya. Pada ultrasonik terdapat energi suara yang frekuensinya di luar ambang batas pendengaran manusia sehingga akan membuat orang menutup telinga karena tidak sanggup mendengar. Akibat adanya suara yang sangat kuat maka dapat mengubah partikel menjadi nanopartikel yang memiliki manfaat untuk kehidupan manusia sehingga dapat mengatasi pencemaran logam berat di lingkungan yang diakibatkan oleh manusia itu sendiri sehingga manusia dapat menjadi pribadi yang lebih peduli lagi terhadap lingkungan.





## **BAB V**

### **PENUTUP**

#### **A. Kesimpulan**

Kesimpulan pada hasil penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Pengaruh waktu dan suhu ultrasonik terhadap ukuran nanopartikel  $\text{MnO}_2$  yaitu semakin rendah waktu dan suhu sonikasi membuat ukuran partikel semakin mengecil. Hasil yang diperoleh waktu optimum 180 menit dengan suhu optimum  $65^\circ\text{C}$  dengan ukuran partikel sebesar 11.84 nm
2. Karakteristik nanopartikel  $\text{MnO}_2$  hasil sintesis nanopartikel dengan ukuran diameter rata-rata optimum 11.84 nm dan indeks Miller 101 pada sintesis waktu 180 menit dengan suhu  $65^\circ\text{C}$  dan bentuk tetragonal dengan permukaan teraglomerasi.
3. Efektifitas nanopartikel  $\text{MnO}_2$  dalam mengadsorpsi ion logam  $\text{Cd(II)}$  mencapai titik tertinggi pada pH 4 dengan efisiensi penyerapan sebesar 99,07% dengan waktu kontak 65 menit dengan efisiensi penyerapan sebesar 98,72%.

#### **B. Saran**

Saran yang diberikan untuk penelitian nanopartikel selanjutnya untuk melengkapi beberapa keterbatasan pada penelitian ini diharapkan dapat melakukan sintesis nanopartikel  $\text{MnO}_2$  dengan melakukan variasi konsentrasi prekursor dengan beberapa perbandingan *template* PEG agar dapat diketahui konsentrasi optimum serta perbandingan PEG yang optimum dalam menghasilkan nanopartikel yang homogen dan tidak teraglomerasi.

## DAFTAR PUSTAKA

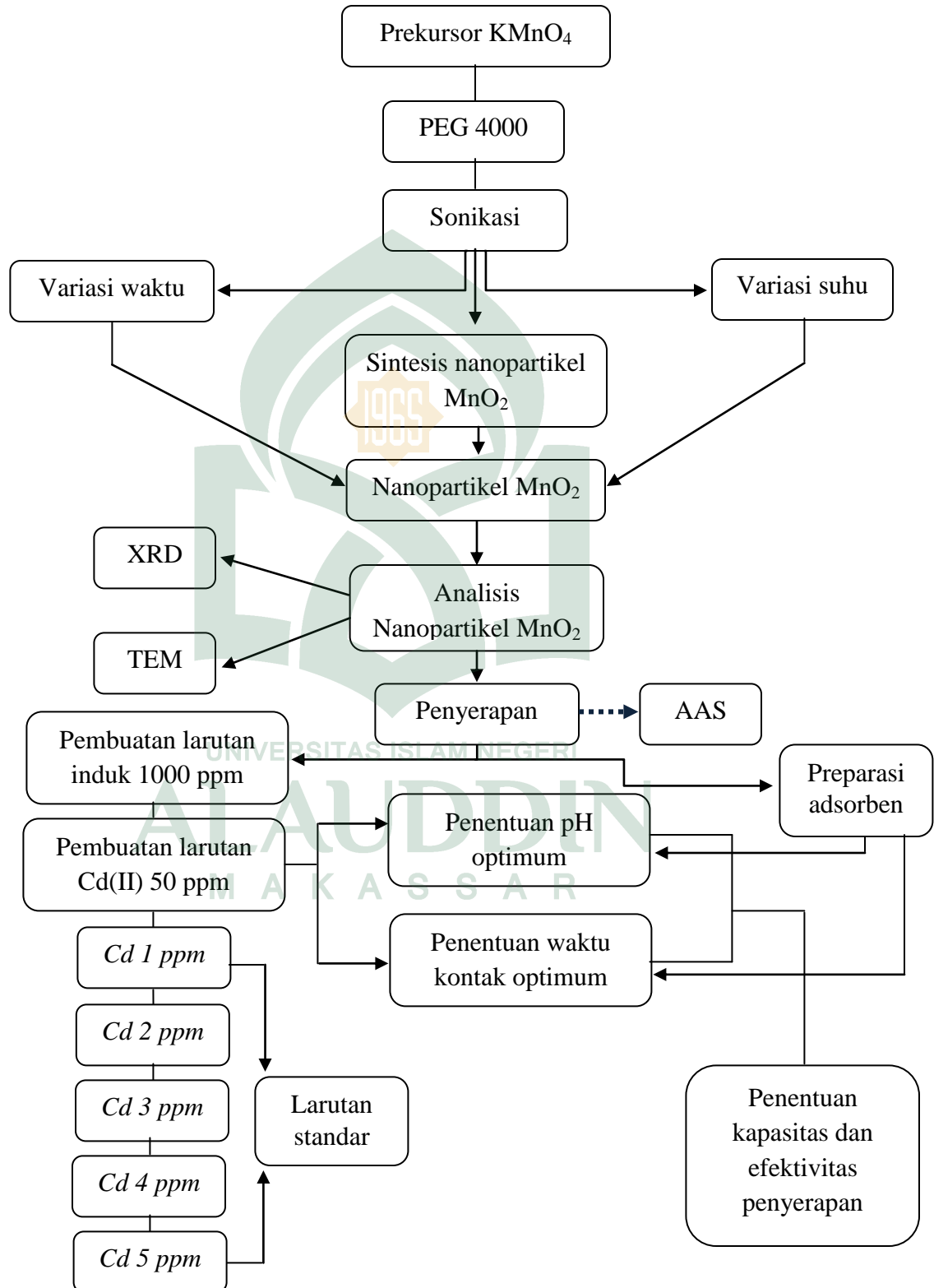
- Al-Qur'an Al-Karim. Kementerian Agama RI, 2016.
- Abdullah, Mikrajuddin dan Khairurijal. "Review: Sintesis Nanopartikel", *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi* 1, no. 2 (2008): h. 33-57.
- Abdullah, M Abdullah dan Khairurijal. *Karakterisasi Nanomaterial, Teori, Penerapan dan Pengolahan Data*. Bandung: CV. Rezeki Putra Bandung, 2010.
- Abulizi, Abulikemu, dkk. "Synthesis of  $\text{MnO}_2$  Nanoparticles from Sonochemical Reduction of  $\text{MnO}_4^-$  in Water under Different pH Conditions". *Elsevier Ultrasonics Sonochemistry*, 21 (2014): h. 1629-1634.
- Ahmed, Khalid Abdelazez Mohamed. "Exploitation of  $\text{KMnO}_4$  Material as Precursors for The Fabrication of Manganese Oxide Nanomaterials". *Taibah University for Science* 10, no. 1 (2016): h. 412-429.
- Ardiansyah, Nur dan Evy Maryanti. "Pengaruh Penambahan Sulfur Alam Pada Sintesis Nanopartikel ZnO Berbasis *Capping agent* Ekstrak Air Daging Buah *Sapindus rarak* DC dengan Metode Sonokimia". *Gradien* 10, no. 2 (2014): h. 1025-1028.
- Anggraeni, Nuha Desi. "Analisa SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dalam Pemanatauan Proses Oksidasi Magnetite Menjadi Hematite". *Seminar Nasional-VII Rekayasa dan Aplikasi Teknik Mesin di Industri*, ISSN : 1693-3168 (2008): h. 52-56.
- Bahanan, Ridho. "Pengaruh Waktu Sonokimia Terhadap Ukuran Kristal Kalsium Karbonat ( $\text{CaCO}_3$ )". *Skripsi*. Jakarta: UIN Syarif Hidayatullah, 2010: h. 1-77.
- Balfas, Aminah, dkk. "Pengaruh *Milling* Terhadap Karakteristik Nanopartikel Biomassa Rotan". *Keteknikan Pertanian* 4, no. 1 (2016): h. 81-86.
- Basset, J, dkk. *Vogel's Textbook of Quantitative Inorganic Analysis Including Elementary Instrumental Analysis*. Terj. A.Hadyana dan L.Setiana. Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik. Jakarta: EGC, 1994.
- Bintang, Maria. *Biokimia Teknik Penelitian*. Jakarta: Erlangga, 2010.
- Day dan Underwood. *Quantitative Analysis Sixth Edition*. Terj. Lis Sopyan. Analisis Kimia Kuantitatif Edisi Keenam. Jakarta: Erlangga, 2002.
- Delmifiana, Betti dan Astuti. "Pengaruh Sonikasi Terhadap Struktur dan Morfologi Nanopartikel Magnetik yang Disintesis Dengan Metode Kopresipitasi". *Fisika Unand* 2, no. 3 (2013): h. 186-189.

- Fajarah, Fauziatul, dkk. "Sintesis Nanopartikel Magnetite dengan Metode Elektrokimia Sederhana". *Nanosains & Nanoteknologi*, ISSN 1979-0880 (2009): h. 22-25.
- Feng, Lili, dkk. "MnO<sub>2</sub> Prepared By Hydrothermal Method and Electrochemical Performance us Anode for Lithium-Ion Battery". *Nanoscale Research Letters Springe Open Journal* 9. no. 290 (2014): h. 1-8.
- Feng, Yuan, dkk. "Adsorption Of Cd (II) and Zn (II) From Aqueous Solutions Using Magnetic Hydroxyapatite Nanoparticles as Adsorbents". *Chemical Engineering* 162, no. 1 (2010): h. 162: 487-494.
- Firnando, Hari Gusti dan Astuti. "Pengaruh Suhu pada Proses Sonikasi Terhadap Morfologi Partikel dan Kristalinitas Nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>". *Fisika Unand* 4, no. 1 (2015): h. 1-5.
- Ghozali, Agus Iman, dkk. "Fotodegradasi Zat Warna Remazol Red Menggunakan Katalis a-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Core Shel Nanostruktur". *Indonesian Journal of Chemical Science* 1, no. 1, ISSN 2252-6951 (2012): h. 79-84.
- Hamzah. *Analisis Kimia Metode Spektroskopi*. Makassar: Alauddin Press, 2013.
- Harahap, Yosmarina. "Preparasi Dan Karakteristik Nanopartikel Kitosan Dengan Variasi Asam". *Skripsi*. Depok: Fakultas Teknik Program Studi Teknik Kimia, 2012.
- Hasan, Siti Zubaidah, dkk. "Sintesis Amorfus Mangan Dioksida (MnO<sub>2</sub>) Nano-Poros Menggunakan Proses Sonokimia dan Bukan Sonokimia". *Analytical Science* 19, no. 2 (2015): h. 388-396.
- Jonal, La. "Pengaruh Frekuensi Gelombang Ultrasonik Terhadap Struktur Kristal dan Sifat Magnet Nanopartikel Magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)". *Skripsi*. Yogyakarta: UIN Sunan Kalijaga, 1-48.
- Kawashima, Yamamoto dkk. "Mucoadhesive DLlactide/Glycolide Copolymer Nanospheres Coated with Chitosan to Improve Oral Delivery of Elcatonin". *Pharmaceutical Development and Technology* 5, no. 1(2000): h. 77-85.
- Kumar, B.M. Pradeep, dkk. "Preparation of MnO<sub>2</sub> Nanoparticles for the Adsorption of Environmentally Hazardous Malachite Green Dye". *Application or Innovation in Engineering & Management* 3, Issue 12, ISSN 2319-4847 (2014): h. 102-106.
- Maria, Sanni. "Penentuan Kadar Logam Besi (Fe) dalam Tepung Gandum dengan Cara Destruksi Basah dan Kering dengan Spektrofotometer Serapan Atom Sesuai Standar Nasional Indonesia (SNI) 01-3751-2006" *Skripsi* (Medan: Universitas Sumatra Utara, 2009): h. 2-46.
- Maylani, Amanda Shynta. "Preparasi Nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (Magnetit) Serta Aplikasinya Sebagai Adsorben Ion Logam Kadmium". *Skripsi*. Semarang: Universitas Negeri Semarang, 2015: h. 1-61.

- Ningsi, Sherly Kusuma Warda. *Sintesis Anorganik*. Padang: UNP Press, 2016.
- Ningsi, Sherly Kusuma Warda. “Pengaruh Aditif Pada Sintesis Nanopartikel  $\text{Mn}_2\text{O}_3$  Melalui Proses Sol-Gel”. *Skripsi*. Padang: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Padang, 2015: h. 1-7.
- Ningsih, Dwi Wahyu, dkk. “Aplikasi Nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (Magnetite) Hasil Sintesis Elektrokimia Sebagai Adsorben Ion Logam Kadmium(II). *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Malang, 2013: h. 1-9.
- Nurafriyanti, dkk. “Pengaruh Variasi pH dan Berat Adsorben dalam Pengurangan Konsentrasi Cr Total pada Limbah Artifisial Menggunakan Adsorben Ampas Daun Teh”. *Teknik Lingkungan* 3, n0. 1 (2017): h. 56-65.
- Pang, Ya, dkk. “PEI-Grafted Magnetic Porous Powder for Highly Effective Adsorption of Heavy Metals Ions. *Desalination* 281, no. 1 (2011): h. 278-284.
- Pauzan, Muh, dkk. “Pengaruh Ukuran Butir dan Struktur Kristal terhadap Sifat Kemagnetan pada Nanopartikel Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )”. *Prosiding Pertemuan Ilmiah* 27, ISSN : 0853-0823 (2013): h. 24-28.
- Perdana, Febie Angelia. “Sintesis dan Karakterisasi Partikel Nano  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan Template PEG-1000”. *Skripsi*. Surabaya: Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Surabaya, 2012: h. 1-7.
- Saridewi, Nanda, dkk. “Sintesis Nanomaterial Mangan Oksida dengan Metode Bebas Pelarut”. *Kimia Valensi* 1, no. 2 (2015): h. 114-120.
- Shihab, M. Quraish. *Tafsir Al-Mishbah Volume 11: Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati, 2009.
- Rahman, Ismail Ab dan Vejayakumaran Padavettan. “Synthesis of Silica Nanoparticles by Sol-Gel: Size-Dependent Properties, Surface Modification, And Applications In Silica-Polymer Nanocomposites In Review”. *Nanomaterials*, (2012): h. 1-15.
- Raj, Balasubramaniam Gnana Sundara, dkk. “Sonochemically synthesized  $\text{MnO}_2$  nanoparticles as electrode material for supercapacitors”. *Ultrasonics Sonochemistry*, 21 (2014): h. 1933–1938.
- Ramahdita, Ghiska. “Karakterisasi Nanopartikel  $\text{ZnO}$  Hasil Sintesis dengan Metode Presipitasi Dan Perlakuan Pra-Hidrotermal”. *Skripsi*. Depok: Fakultas Teknik, 2011, h. 1-66.
- Respati, S. M. B. “Macam-Macam Mikroskop dan Cara Penggunaan”. *Momentum* 4, no. 2 (2008): h. 42-44.
- Riwayati, I. “Analisis Resiko Pengaruh Partikel Nano Terhadap Kesehatan Manusia”, *Momentum* 3, no. 2 (2007): h. 17-20.
- Riyanto. *Elektrokimia dan Aplikasinya*. Yogyakarta: Graha Ilmu, 2013.

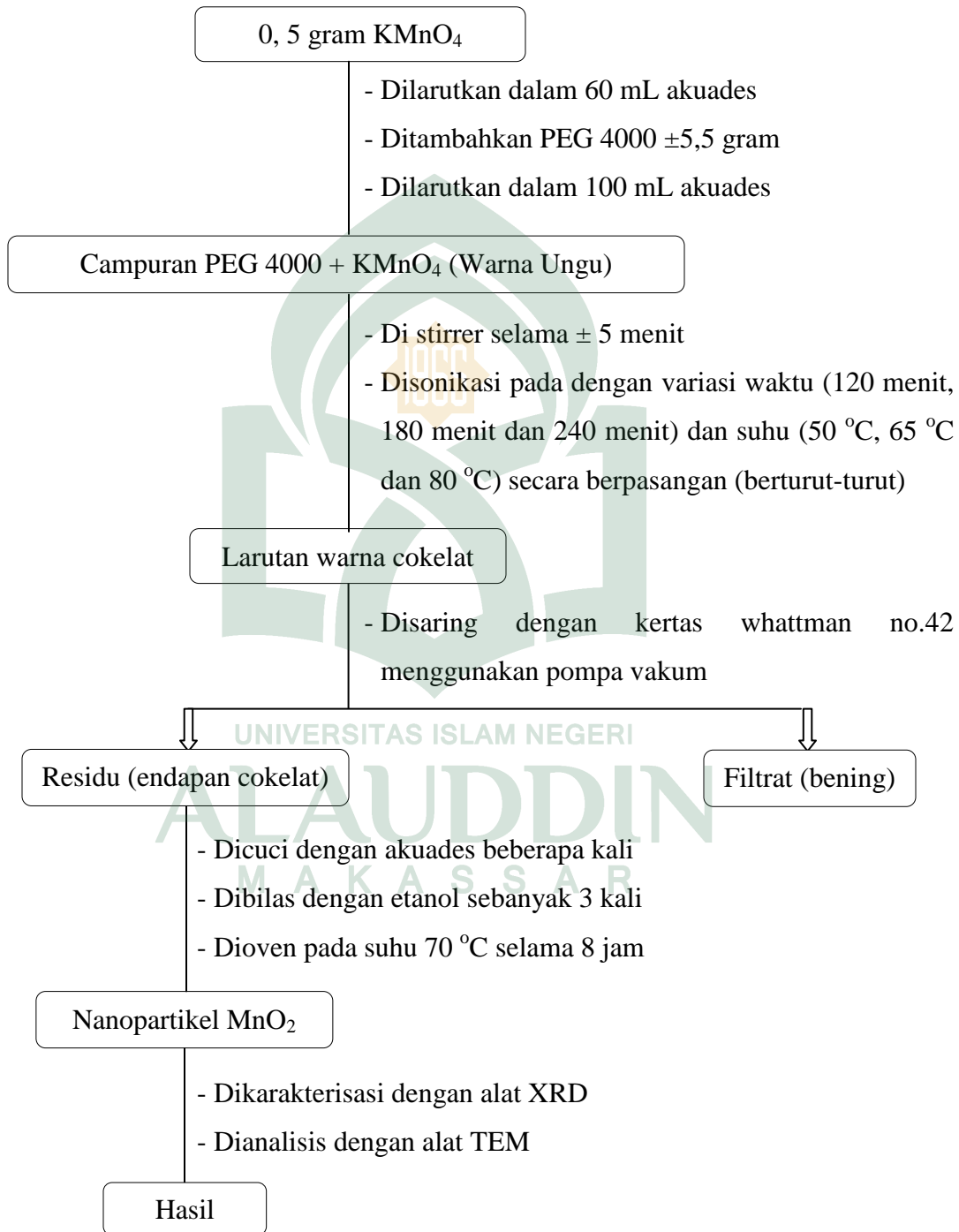
- Saridewi, Nanda, dkk. "Sintesis Nanomaterial Mangan Oksida dengan Metode Bebas Pelarut". *Kimia Valensi* 1, no. 2 (2015): h. 114-120.
- Setyawan, Frida Lutvhita, dkk. "Pengaruh pH dan Lama Kontak pada Adsorpsi  $\text{Ca}^{2+}$  Menggunakan Adsorben Kitin Terfosforilasi dari Limbah Cangkang Bekicot (*Achatina Fulica*)". *Kimia Student* 1, no. 2 (2013): h. 201-207.
- Susanti, Sri. "Kajian Struktur Kristal Nanopartikel Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) sebagai Fungsi Temperatur dari Hasil Sintesis dengan Menggunakan Metode Sonokimia". *Skripsi*. Yogyakarta: Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga, 2014: 1-40.
- Suslick, Kenneth S dan Gareth J. Price. "Applications of Ultrasound to Materials Chemistry". *Annual Reviews Mater Sci* 29 (1999): h. 295-326.
- Tanaka, Nabuo. *Electron Nano Imaging: Basic of Imaging and Diffraction for TEM and STEM*. Japan: Springer, 2017.
- Teja, Aryn S dan Pei-Yoong Koh. "Synthesis, properties , and application of magnetic iron oxide nanoparticles". *Progress in crystal growth and characterization of materials*, (2009): h. 22-45.
- Timuda, Gerald Ensang. "Sintesis Nanopartikel  $\text{TiO}_2$  dengan Metode Sonokimia untuk Aplikasi Sel Surya Tersensitasi Dye (*Dye Sensitized Solar Cell - DSSC*) Menggunakan Ekstrak Kulit Buah Manggis dan *Plum* sebagai *Photosensitizer*". *Tesis*. Bogor: Institut Pertanian Bogor, 2009: 1-59.
- Wahyudi, Tatang, dkk. "Sintesis Nanopartikel Perak dan Uji Aktivitasnya Terhadap Bakteri *E. Coli* dan *S. Aureu*. *Arena Tekstil* 26, no. 1 (2011): h. 55-60.
- Wei, Yu-Ling dan Chang, Pei Chi. "Characteristics of Nano Zinc Oxide Synthesized Under Ultrasonic Condition". *Physic Chemistry and Solids* 5, no. 69 (2008): h. 688-692.
- Widowati, Wahyu, dkk. *Efek Toksik Logam Pencegahan dan Penanggulangan Pencemaran*. Yogyakarta: Andi Offset, 2008.
- Young, Hugh D dan Roger A. Freedman. *University Physics Tenth Edition*, terj. Amalia Safitri. *Fisika Universitas Edisi Kesepuluh Jilid 2*. Jakarta: Erlangga, 2004.

### Lampiran 1: Skema Alur Penelitian



## Lampiran 2: Skema Kerja

### a. Pembuatan nanopartikel dengan metode sonokimia



**b. Uji adsorpsivitas nanopartikel  $\text{MnO}_2$  terhadap logam kadmium****1. Pembuatan larutan induk  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$  1000 ppm**

Padatan  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

- Ditimbang sebanyak 2,7430 gram
- Dilarutkan dalam gelas kimia
- Dimasukkan ke dalam labu takar 1000 mL
- Ditambahkan dengan akuades sampai tanda batas
- Dihomogenkan

Larutan induk  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$  1000 ppm

**2. Pembuatan larutan baku  $\text{Cd}(\text{II})$  100 ppm dari larutan induk  $\text{Cd}(\text{II})$  1000 ppm**

Larutan Induk  $\text{Cd}(\text{II})$  1000 ppm

- Dipipet sebanyak 25 mL ke dalam labu takar 250 mL
- Ditambahkan dengan akuades sampai tanda batas
- Dihomogenkan

Larutan baku  $\text{Cd}(\text{II})$  100 ppm

**3. Pembuatan larutan Uji  $\text{Cd}(\text{II})$  50 ppm dari larutan baku  $\text{Cd}(\text{II})$  100 ppm**

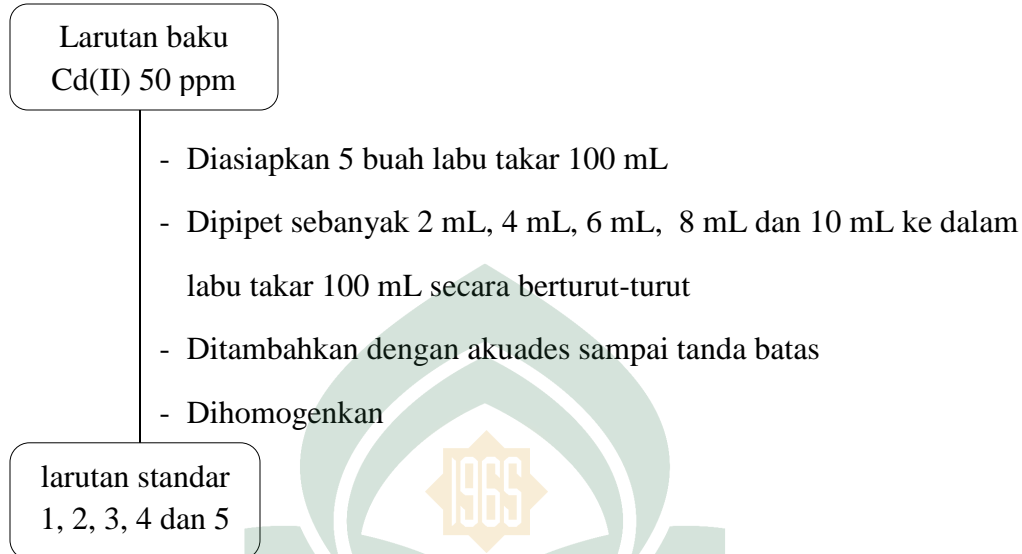
Larutan baku  $\text{Cd}(\text{II})$  100 ppm

- Dipipet sebanyak 125 mL ke dalam labu takar 250 mL
- Ditambahkan dengan akuades sampai tanda batas
- Dihomogenkan

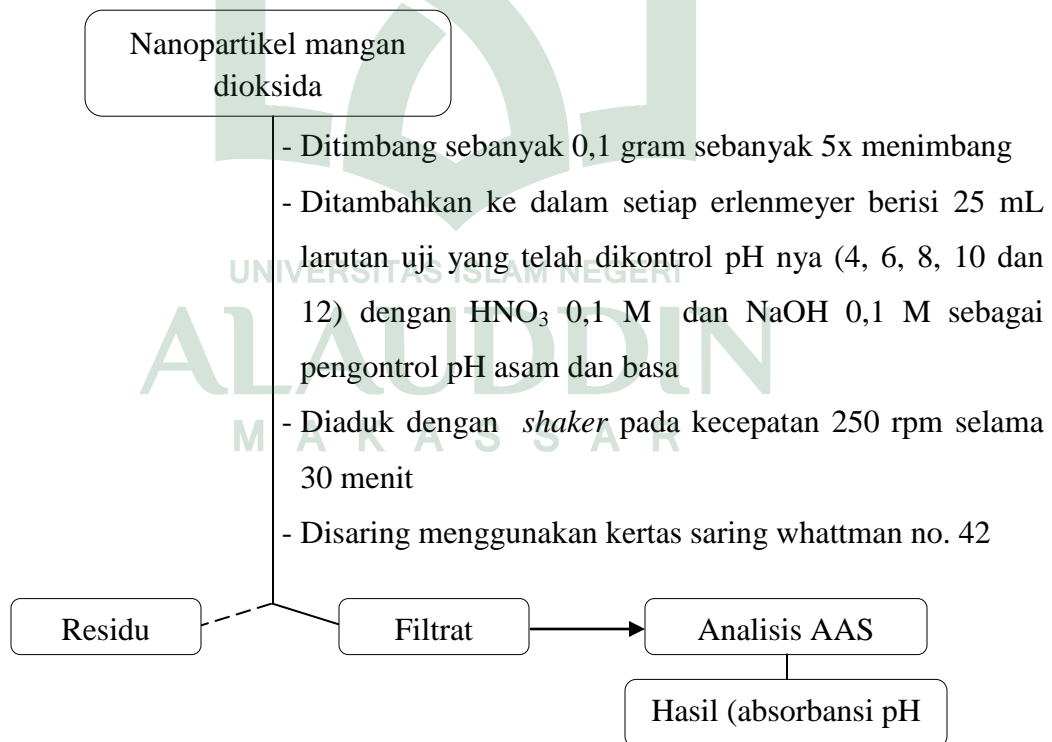
Larutan uji  $\text{Cd}(\text{II})$  50 ppm



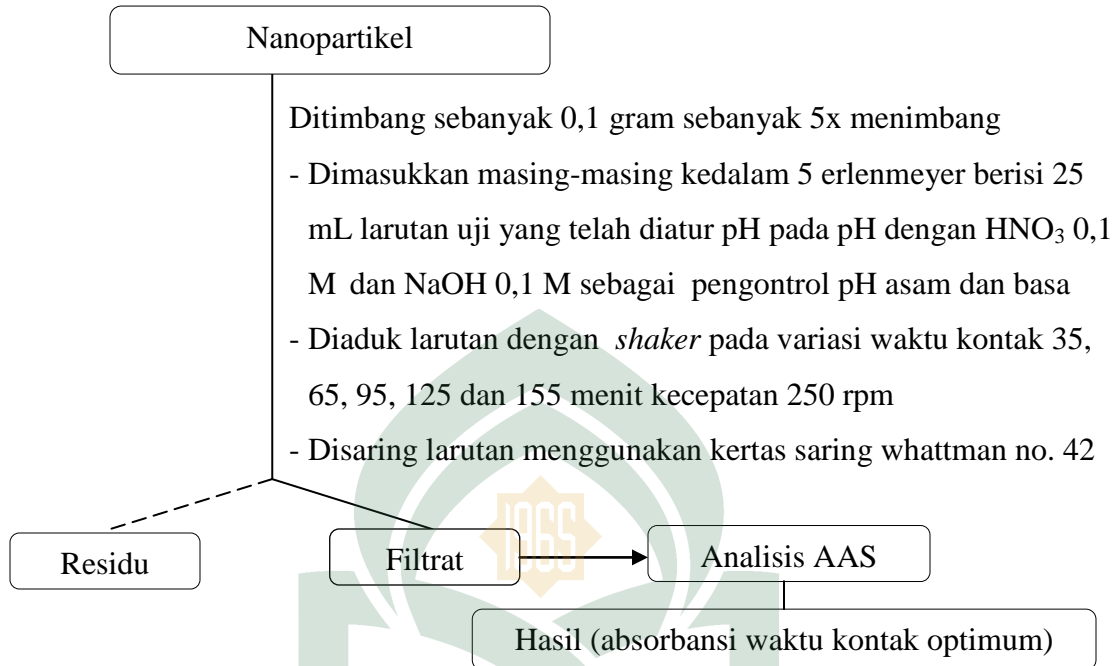
#### 4. Pembuatan larutan standar 1, 2, 3, 4 dan 5 ppm dari larutan Cd(II) 50 ppm



#### 5. Penentuan kadar kadmium teradsorpsi terhadap variasi pH

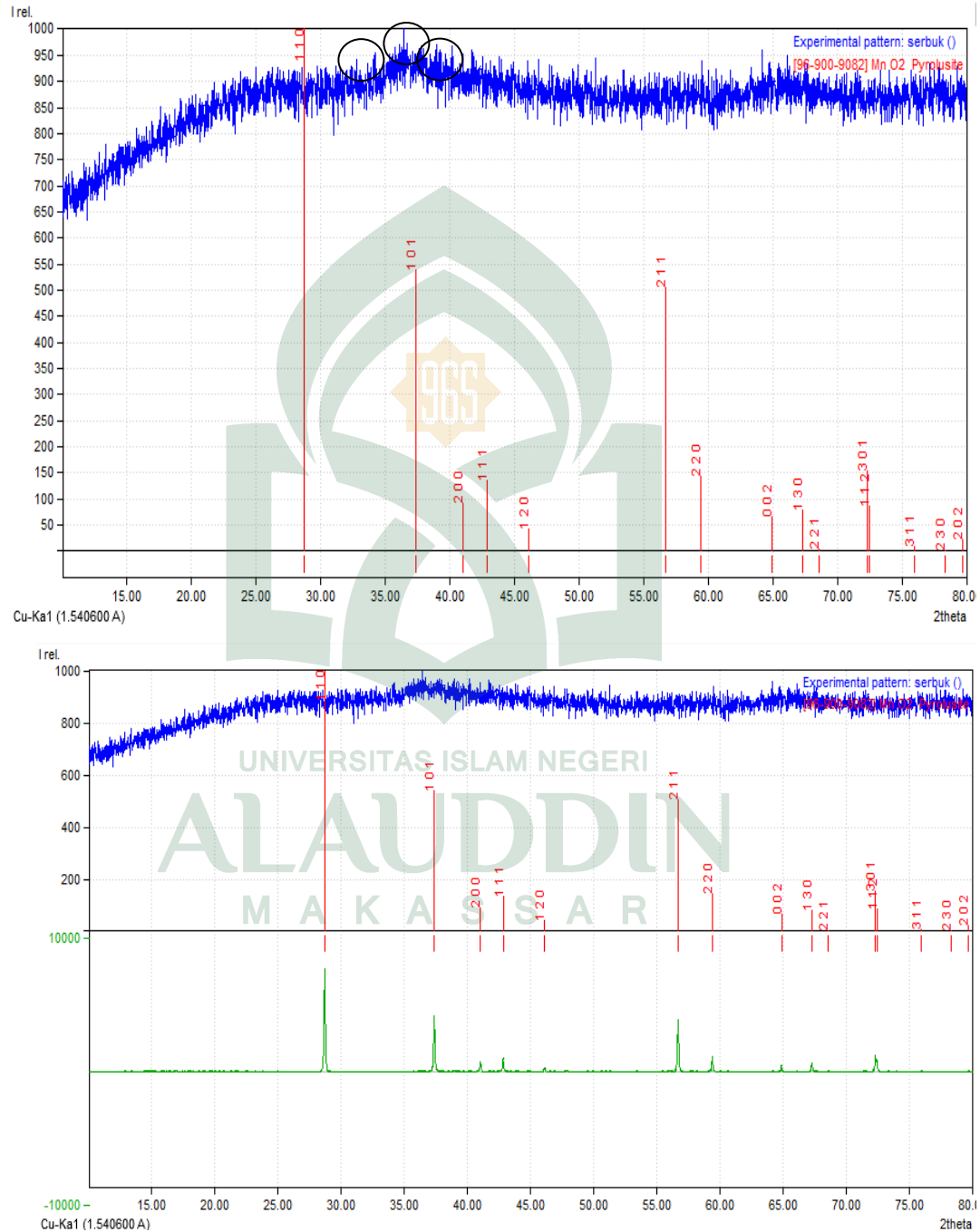


## 6. Penentuan kadar kadmium teradsorpsi terhadap variasi waktu kontak

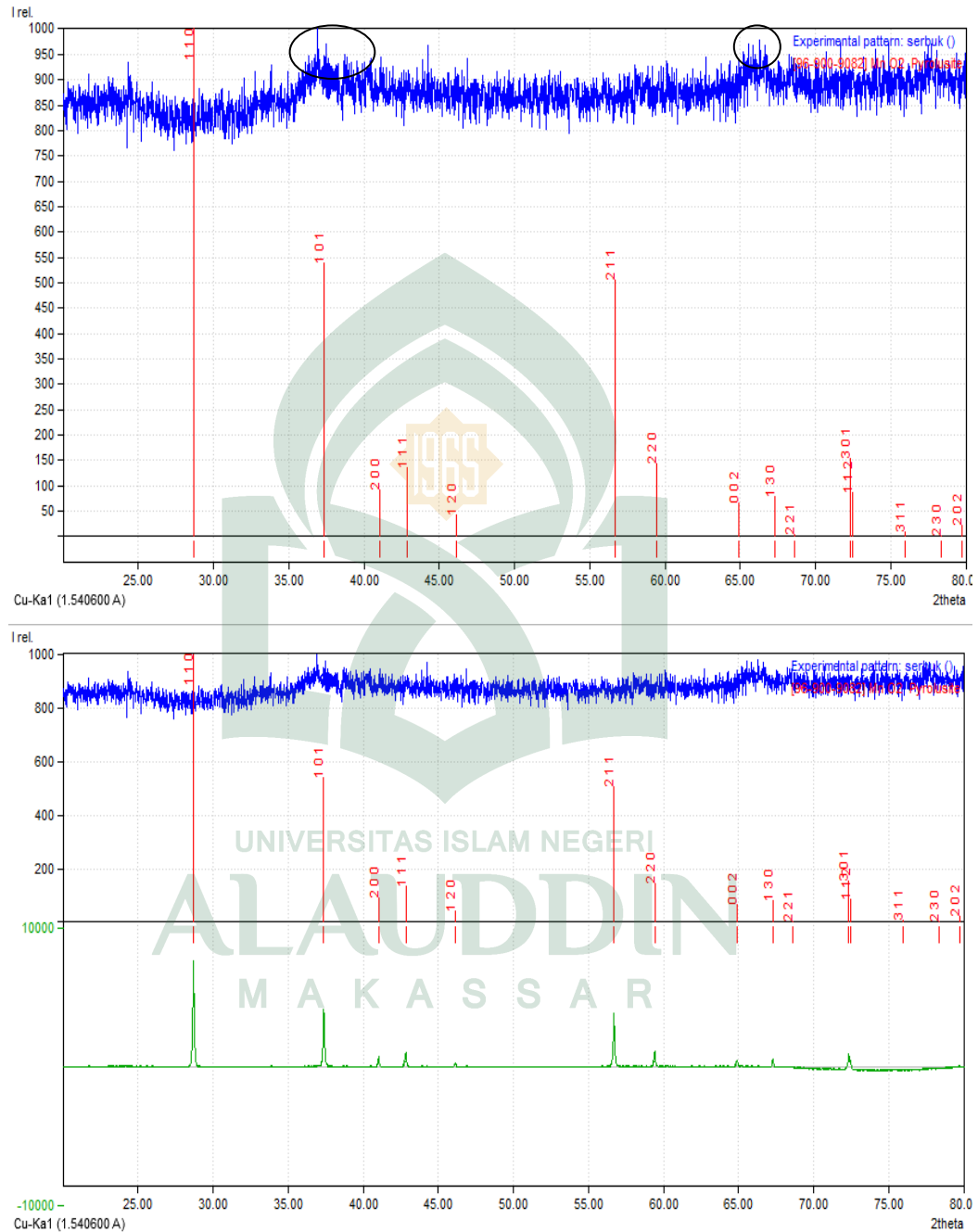


### Lampiran 3: Analisis XRD (X-Ray Diffraction)

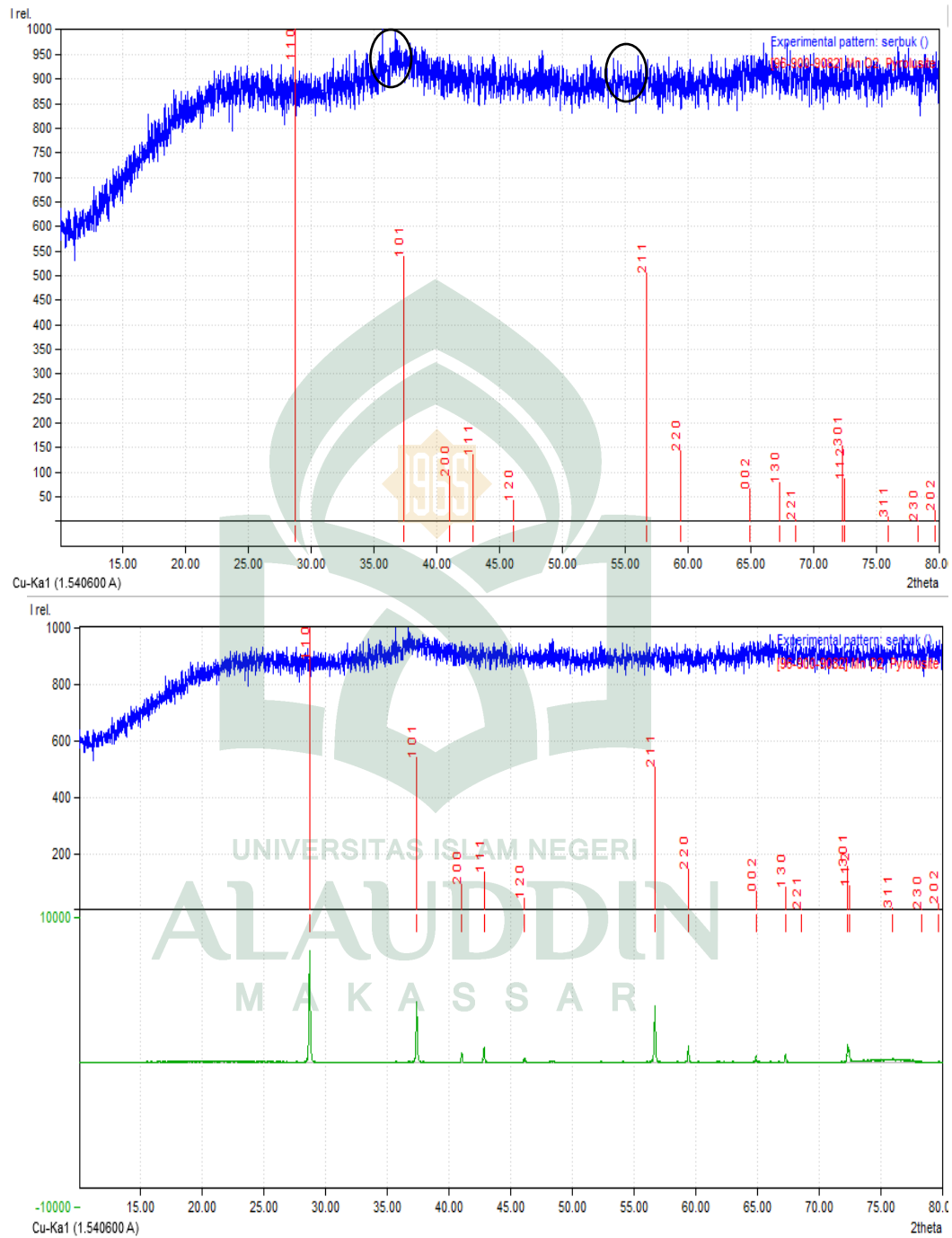
#### a. Difraktogram waktu 120 menit dan suhu 50 °C



**b. Difraktogram waktu 180 menit dan suhu 65 °C**



c. Difraktogram waktu 240 menit dan suhu 80 °C



#### Lampiran 4: Perhitungan diameter nanometer waktu 120 menit dan suhu 50°C

##### a. Data analisis XRD

**Tabel 1.** Data XRD Nanopartikel MnO<sub>2</sub> dengan waktu 20 menit

No	Theta (2θ) (deg)	FWHM(inst)
1	36.6200	0
2	37.6400	1.26400
3	35.4400	1.08000

Keterangan:

Theta (θ) : sudut Bragg

FWHM(inst) : lebar puncak difraksi sampel

##### b. Analisis data

Persamaan *Scherrer* :

$$D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

Keterangan:

K = 0,98 tetapan Bragg

λ = 1,5406 Å

β = nilai FWHM

θ = sudut puncak

##### 1. Data 2

$$D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$D = \frac{0,98 \times 1,5406 \text{ Å}}{\sqrt{(\text{FWHM}_{\text{inst}})^2 - (\text{FWHM}_{\text{match}})^2} \cos \theta}$$

$$D = \frac{1,5097 \text{ Å}}{\sqrt{(1,26400)^2 - (0)^2} \cos 18,82}$$

$$D = \frac{1,5097 \text{ \AA}}{1,1964}$$

$$D = 1,2618 \text{ \AA} = 12,61 \text{ nm}$$

## 2. Data 2

$$D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$D = \frac{0,98 \times 1,5406 \text{ \AA}}{\sqrt{(\text{FWHM}_{\text{inst}})^2 - (\text{FWHM}_{\text{match}})^2} \cos \theta}$$

$$D = \frac{1,5097 \text{ \AA}}{\sqrt{(1,08000)^2 - (0)^2} \cos 17,72}$$

$$D = \frac{1,5097 \text{ \AA}}{1,0287}$$

$$D = 1,4675 \text{ \AA} = 14,67 \text{ nm}$$

## c. Diameter rata-rata

$$D_{\text{rata-rata}} = \frac{12,61 + 14,67}{2}$$

$$= 13,64 \text{ nm}$$

### Lampiran 5: Perhitungan diameter nanometer waktu 180 menit, suhu 65°C

#### a. Data analisis XRD

**Tabel 1.** Data XRD Nanopartikel MnO<sub>2</sub> dengan waktu 20 menit

No.	Theta (2θ) (deg)	FWHM(inst)
1	36.94	1.80000
2	36.36	1.52660
3	65.76	1.10000

Keterangan:

Theta (θ) : sudut Bragg

FWHM(inst) : lebar puncak difraksi sampel

#### b. Analisis data

Persamaan *Scherrer* :

$$D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

Keterangan:

K = 0,98 tetapan Bragg

λ = 1,5406 Å

β = nilai FWHM

θ = sudut puncak

##### 1. Data 1

$$D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$D = \frac{0,98 \times 1,5406 \text{ Å}}{\sqrt{(FWHM_{inst})^2 - (FWHM_{match})^2} \cos \theta}$$

$$D = \frac{1,5097 \text{ Å}}{\sqrt{(1,80000)^2 - (0)^2} \cos 18,47}$$



$$D = \frac{1,5097 \text{ \AA}}{1,7072}$$

$$D = 0,884 \text{ \AA} = 8,84 \text{ nm}$$

2. Data 2

$$D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$D = \frac{0,98 \times 1,5406 \text{ \AA}}{\sqrt{(\text{FWHM}_{\text{inst}})^2 - (\text{FWHM}_{\text{match}})^2} \cos \theta}$$

$$D = \frac{1,5097 \text{ \AA}}{\sqrt{(1,52660)^2 - (0)^2} \cos 18,18}$$

$$D = \frac{1,5097 \text{ \AA}}{1,4503}$$

$$D = 1,040 \text{ \AA} = 10,40 \text{ nm}$$

3. Data 2

$$D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$D = \frac{0,98 \times 1,5406 \text{ \AA}}{\sqrt{(\text{FWHM}_{\text{inst}})^2 - (\text{FWHM}_{\text{match}})^2} \cos \theta}$$

$$D = \frac{1,5097 \text{ \AA}}{\sqrt{(1,10000)^2 - (0)^2} \cos 32,88}$$

$$D = \frac{1,5097 \text{ \AA}}{0,9237}$$

$$D = 1,634 \text{ \AA} = 16,3 \text{ nm}$$

c. Diameter rata-rata

$$D_{\text{rata-rata}} = \frac{8,84 + 10,40 + 16,3}{3}$$

$$= 11,84 \text{ nm}$$

## Lampiran 6: Data JCPDS

Database JCPDS No. 96-900-9082

### Phase classification

<b>Name</b>	
<b>Mineral Name</b>	Pyrolusite
<b>Formula</b>	MnO <sub>2</sub>
<b>I/Icor</b>	4.690000
<b>Sample Name</b>	9009081
<b>Quality</b>	C (calculated)

### Crystal structure

#### Crystallographic data

Space group	P 42/m n m (136)						
Crystal system	Tetragonal						
Cell parameters	a= 4.3960 Å c= 2.8710 Å						
Atom coordinates	Element	Oxid.	x	y	z	Bi	Focc
	Mn		0.000	0.000	0.000	1.000000	1.000000
	O		0.302	0.302	0.000	1.000000	1.000000

### Experimental

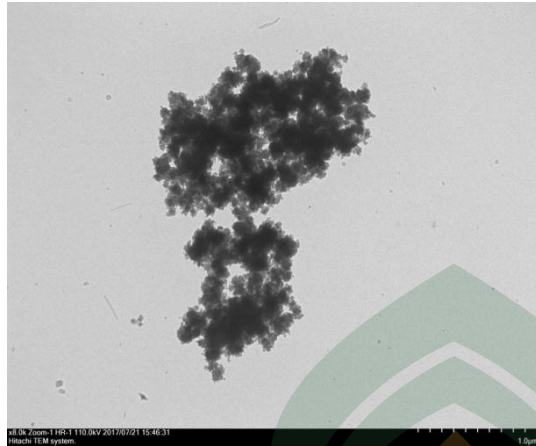
#### Physical Properties

<b>Calc. density</b>	5.20300 g/cm <sup>3</sup>
----------------------	---------------------------

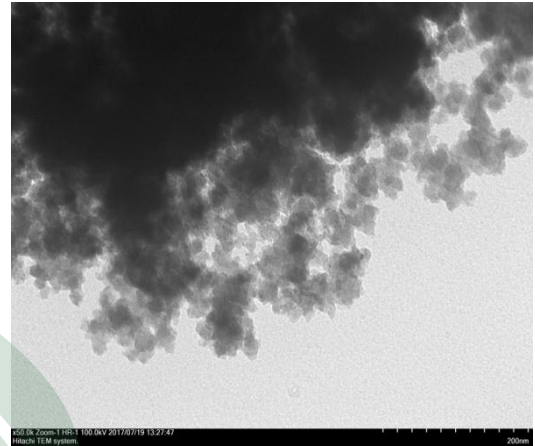
### Remarks

#### Remarks

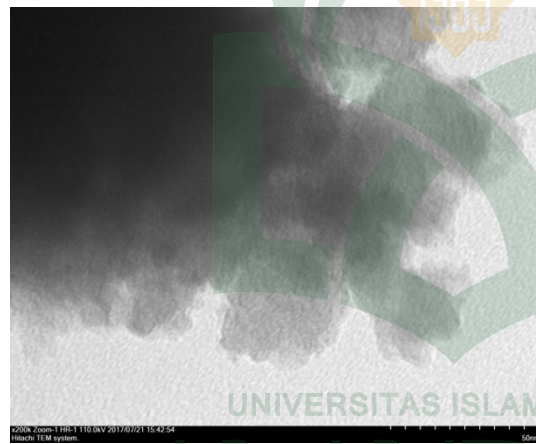
<b>Comments</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Diffraction pattern calculated by Match!.</li> <li>- I/Icor calculated by Match!.</li> </ul>
-----------------	---

**Lampiran 7: Analisis TEM (*Transmission Electron Microscopy*)**

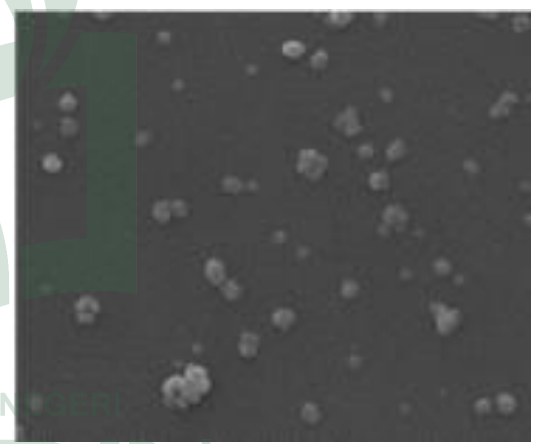
Skala 200 nm



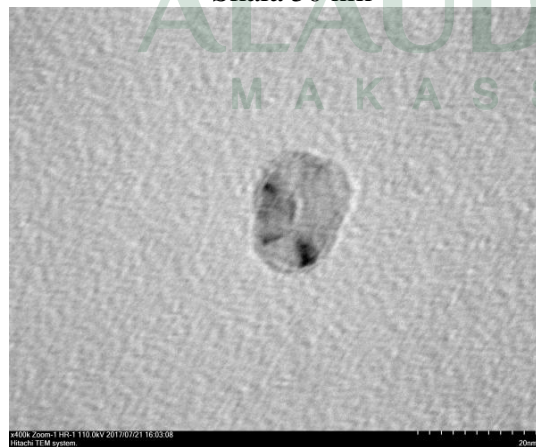
Skala 100 nm



Skala 50 nm



Skala 20 nm



Skala 20 nm



Skala 20 nm

## Lampiran 8: Pembuatan larutan

### 1. Pembuatan larutan induk Cd(II) dari $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

Diketahui :  $\text{Mr Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} = 308,4 \text{ g/mol}$

$$\text{Ar Cd} = 112,40 \text{ g/mol}$$

$$V = 1000 \text{ mL} = 1 \text{ L}$$

$$\text{ppm} = 1000 \text{ mg/L}$$

Ditanyakan: massa = ....gram ?

Penyelesaian:

$$\text{ppm} = \frac{\text{Ar Cd}}{\text{Mr Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}} \times \frac{\text{mg}}{V}$$

$$\text{mg} = \frac{\text{ppm} \times V \times \text{Mr Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}}{\text{Ar Cd}}$$

$$\text{mg} = \frac{1000 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 1 \text{ L} \times 308,4 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{112,40 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}$$

$$\text{mg} = 2.743,77 \text{ mg}$$

$$\text{g} = 2,7437 \text{ gram}$$

Jadi, untuk membuat larutan induk Cd(II) maka  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  ditimbang sebanyak 2,7437 gram lalu dilarutkan dan diencerkan pada labu takar 1000 mL sampai tanda batas.

### 2. Pembuatan larutan baku Cd(II) 100 ppm dalam 250 mL dari larutan induk Cd(II) 1000 ppm

Diketahui :  $M_1 = 1000 \text{ ppm}$

$$M_2 = 100 \text{ ppm}$$

$$V_2 = 250 \text{ mL}$$

Ditanyakan:  $V_1 = \dots \text{mL}$  ?

Penyelesaian:

$$V_1 M_1 = V_2 M_2$$

$$V_1 \times 1000 \text{ ppm} = 250 \text{ mL} \times 100 \text{ ppm}$$

$$V_1 = \frac{25.000 \text{ mL}}{1000}$$

$$V_1 = 25 \text{ mL}$$

Jadi, untuk membuat larutan uji 100 ppm, memipet sebanyak 25 mL larutan induk Cd(II) 1000 ppm ke dalam labu takar 250 mL dan mengencerkan.

### 3. Pembuatan larutan uji Cd(II) 50 ppm dalam 250 mL dari larutan baku Cd(II) 100 ppm

Diketahui :  $M_1 = 100 \text{ ppm}$

$$M_2 = 50 \text{ ppm}$$

$$V_2 = 250 \text{ mL}$$

Ditanyakan:  $V_1 = \dots \text{ mL} ?$

Penyelesaian:

$$V_1 M_1 = V_2 M_2$$

$$V_1 \times 100 \text{ ppm} = 250 \text{ mL} \times 50 \text{ ppm}$$

$$V_1 = \frac{12.500 \text{ mL}}{100}$$

$$V_1 = 125 \text{ mL}$$

Jadi, untuk membuat larutan uji 50 ppm, memipet sebanyak 125 mL larutan baku Cd(II) 100 ppm ke dalam labu takar 250 mL dan mengencerkan.

### 4. Pembuatan larutan standar 1 ppm, 2 ppm, 3 ppm, 4 ppm dan 5 ppm dari larutan Cd(II) 50 ppm sebanyak 100 mL

Larutan standar Cd(II) (mg/L)	$V_1 = \frac{V_2 M_2}{M_1}$ (mL)
1	2
2	4
3	6
4	8
5	10

## Lampiran 9: Data Standarisasi

### 1. Tabel

**Tabel 1:** Hubungan Konsentrasi dan Absorbansi Standar

No.	Konsentrasi (x) (ppm)	Absorbansi (y) (ppm)	$x^2$	$y^2$	xy
1.	0	-0,0003	0	0,00000009	0
2.	1	0,1861	1	0,03463321	0,1861
3.	2	0,3657	4	0,13373649	0,7314
4.	3	0,5213	9	0,27175369	1,5639
5.	4	0,6504	16	0,42302016	2,6016
6.	5	0,8428	25	0,71031184	4,2140
n = 6	$\Sigma x = 15$	$\Sigma y = 2,566$	$\Sigma x^2 = 55$	$\Sigma y^2 = 1,57345548$	$\Sigma xy = 9,297$

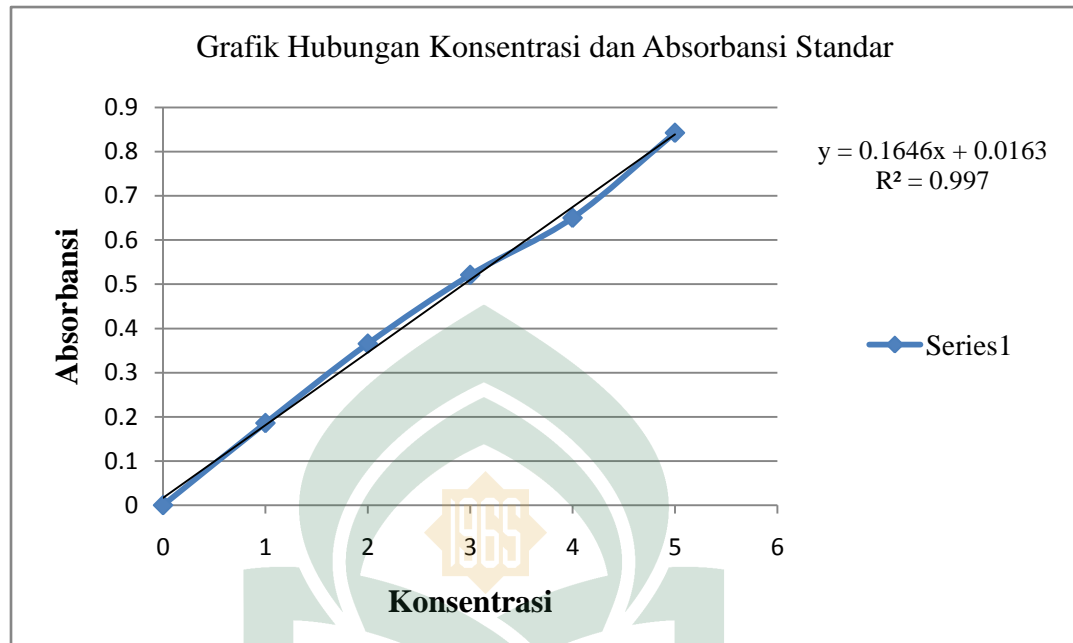
**Tabel 2:** pH dan Absorbansi Standar panjang gelombang ( $\lambda$ ) 228,8 nm

No.	pH	Absorbansi (y)
1.	4	0,1220
2.	6	0,3394
3.	8	0,4001
4.	10	0,6200
5.	12	0,5378

**Tabel 3:** Waktu kontak dan Absorbansi Standar panjang gelombang ( $\lambda$ ) 228,8 nm

No.	Waktu kontak	Absorbansi (y)
1.	35 menit	0,6792
2.	65 menit	0,1216
3.	95 menit	0,5726
4.	125 menit	0,7076
5.	155 menit	0,7317

## 2. Grafik



## 3. Persamaan Garis Linear

$$y = a + bx$$

Nilai b

$$b = \frac{n \sum xy - \sum x \sum y}{n \sum x^2 - \sum (x)^2}$$

$$b = \frac{6 \times 9,297 - 15 \times 2,566}{6 (55) - (15)^2}$$

$$b = \frac{55,782 - 38,49}{330 - 225}$$

$$b = \frac{17,792}{105}$$

$$b = 0,1646$$

Nilai a

$$a = y_{rata-rata} - b (x_{rata-rata})$$

$$a = 0,4278 - 0,1646 (2,5)$$

$$a = 0,4278 - 0,4115$$

$$a = 0,0163$$

jadi, persamaan linear yang diperoleh adalah:

$$y = a + bx$$

$$y = 0,1646 + 0,0163x$$

keterangan:

y = absorbansi sampel

x = konsentrasi kadmium (Cd)

$$R^2 = \frac{n \sum xy - \sum x \sum y}{\sqrt{((n \sum x^2) - (\sum x)^2)(n \sum y^2) - (\sum y)^2}}$$

$$R^2 = \frac{6(9,297) - (15)(2,566)}{\sqrt{((6(55) - (15)^2)((6(1,57345548) - (2,566)^2$$

$$R^2 = \frac{55,782 - 38,49}{\sqrt{2,8563}}$$

$$R^2 = \frac{17,292}{17,3181}$$

$$R^2 = 0,998$$

#### 4. Data Perhitungan Variasi pH

##### a. Konsentrasi sisa kadmium (Cd) dalam sampel

Untuk pH 4

$$y = a + bx$$

$$x = \frac{y - a}{b}$$

$$x = \frac{0,1220 - 0,0163}{0,1646}$$

$$x = \frac{0,1057}{0,1646}$$

$$x = 0,6421 \text{ ppm}$$



b. Kapasitas adsorpsi untuk setiap parameter pH

$$q_e = \frac{(C_0 - C_e) V}{W_a}$$

keterangan:

$q_e$  = kapasitas adsorpsi (mg/g)

$C_0$  = konsentrasi awal (mg/L)

$C_e$  = konsentrasi sisa (mg/L)

$V$  = volume larutan (L)

$W_a$  = berat nanopartikel (gram)

Untuk pH 4

$$q_e = \frac{(C_0 - C_e) V}{W_a}$$

$$q_e = \frac{\left(50 \frac{\text{mg}}{\text{L}} - 0,6421 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) 0,025 \text{ L}}{0,1 \text{ g}}$$

$$q_e = \frac{\left(49,3579 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) 0,025 \text{ L}}{0,1 \text{ g}}$$

$$q_e = 12,3394 \text{ mg/g}$$

c. Efektivitas penyerapan (%)

$$Ef = \frac{(C_0 - C_e)}{C_0} \times 100\%$$

Keterangan:

$Ef$  = Efisiensi penyerapan (%)

$C_0$  = konsentrasi awal (mg/L)

$C_e$  = konsentrasi sisa (mg/L)

Untuk pH 4

$$Ef = \frac{(C_0 - C_e)}{C_0} \times 100\%$$

$$Ef = \frac{\left(50 \frac{\text{mg}}{\text{L}} - 0,6421 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right)}{50 \frac{\text{mg}}{\text{L}}} \times 100\%$$

$$Ef = \frac{\left(49,5379 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right)}{50 \frac{\text{mg}}{\text{L}}} \times 100\%$$

$$Ef = 99,07\%$$

**Tabel 4:** Hasil perhitungan variasi pH

Ph	$x = \frac{y-a}{b}$	y	$q_e = \frac{(C_0 - C_e) V}{w_a}$	$Ef = \frac{(C_0 - C_e)}{C_0} \times 100\%$
6	1,9629	0,3394	12,0092	96,07
8	2,3317	0,4001	11,9170	95,33
10	3,6676	0,6200	11,5831	92,66
12	3,1682	0,5378	11,7079	93,66

5. Data Perhitungan Variasi waktu kontak

**Tabel 5:** Hasil perhitungan variasi waktu kontak

Waktu kontak (menit)	$x = \frac{y-a}{b}$	y	$q_e = \frac{(C_0 - C_e) V}{w_a}$	$Ef = \frac{(C_0 - C_e)}{C_0} \times 100\%$
35	4,0273	0,6792	11,4931	91,94
65	0,6397	0,1216	12,3400	98,72
95	3,3797	0,5726	11,6550	93,24
125	4,1998	0,7076	11,4500	91,60
155	4,3462	0,7317	11,4134	91,30

## Lampiran 10: Dokumentasi Penelitian

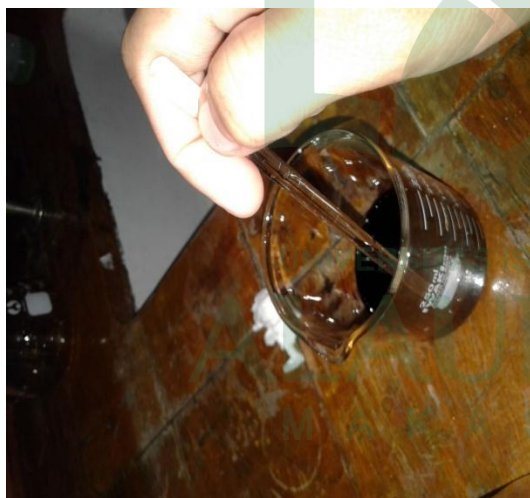
### a. Sintesis nanopartikel Mangan Dioksida



Penimbangan  $\text{KMnO}_4$  p.a



Penyiapan aquades



Pelarutan  $\text{KMnO}_4$  dengan aquades



Prekursor  $\text{KMnO}_4$



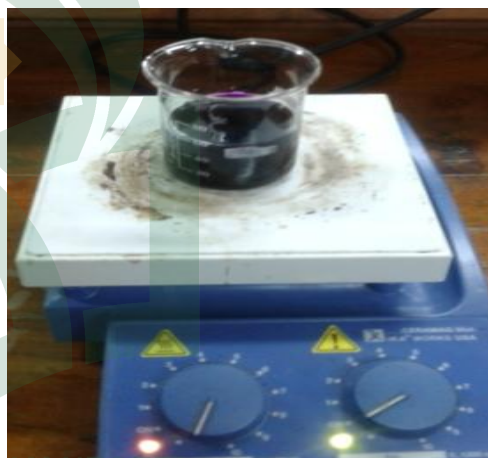
Penimbangan PEG 4000



Pelarutan PEG dengan aquades



Penambahan PEG dalam  $\text{KMnO}_4$



Pengadukan dengan stirrer



Sintesis dengan ultrasonik

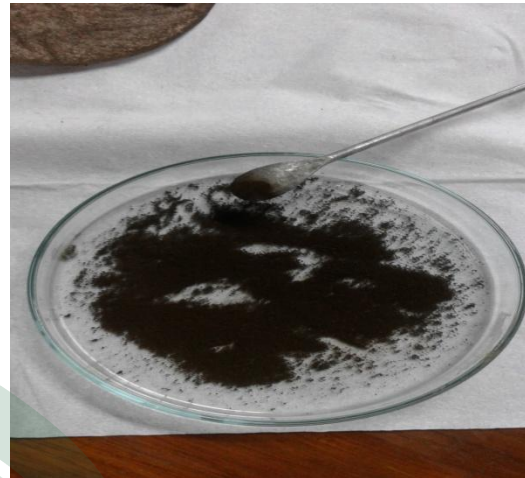


Penyaringan dengan pompa vakum





Pengovenan



Hasil sintesis

**b. Uji adsorptivitas nanopartikel  $\text{MnO}_2$  pada ion logam kadmium**



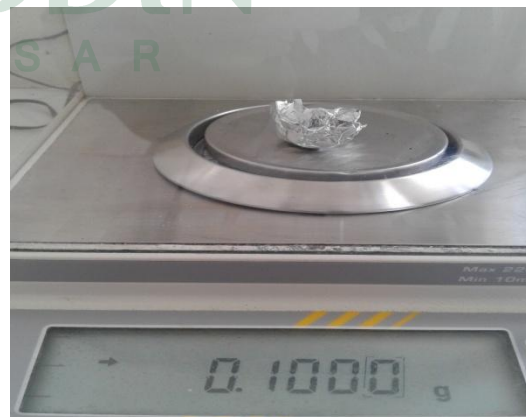
Pembuatan larutan induk  $\text{Cd(II)}$  1000 ppm



Pembuatan larutan uji 50 ppm



Pembuatan larutan standar



Penimbangan adsorben  $\text{MnO}_2$



Pemipetan larutan uji ke erlenmeyer



Pengadukan dengan shaker



Penyaringan



Hasil penyaringan untuk analisis AAS

## RIWAYAT HIDUP



Penulis skripsi berjudul **“Sintesis Nanopartikel Mangan Dioksida ( $\text{MnO}_2$ ) Secara Sonokimia Sebagai Adsorben Ion Logam Kadmium ( $\text{Cd}^{2+}$ )”** bernama Andi Nuraeni yang dilahirkan pada 23 September 1996 dari pasangan suami istri Andi Muhammad Pasannai dengan Andi Hasidah Sinrang di sebuah desa yang bernama Desa Bellu Kecamatan Salomekko Kabupaten Bone. Penulis merupakan anak ke tujuh dari delapan bersaudara.

Penulis mulai menjajaki dunia pendidikan di sekolah TK Aisyah Arallae pada umur 5 tahun. Setahun setelah usai pendidikan TK nya dilanjutkan pada SD Inp. 10/73 Arallae Kecamatan Kahu pada tahun 2001 pada usia 6 tahun dan ketika naik ke bangku kelas 2 penulis pindah ke MI No.53 Bellu Kecamatan Salomekko dengan alasan ikut orang tua. Penulis menyelesaikan pendidikan SD pada tahun 2007 dengan mendapat prestasi yang baik. Pada tahun 2007-2010 penulis melanjutkan pendidikan di SMP Negeri 3 Salomekko dan selesai tepat waktu. Pendidikan SMA dilanjutkan di SMA Negeri 1 Bacan Kabupaten Halmahera Selatan Maluku Utara selama setahun dan pindah kembali ke kampung halaman di Bone ketika kelas XI dan masuk di SMA Negeri 1 Kahu tepatnya di kelas XI IPA 4. Penulis menyelesaikan SMA pada tahun 2013 dan berhasil melanjutkan ke perguruan tinggi negeri dengan jalur undangan tepatnya di Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar jurusan Kimia dan berhasil mendapat gelar Sarjana Sains (S.Si) pada tahun 2017 tepat 4 tahun.